



**SKRIPSI**

## **SINTESIS 2-FENILETIL ALKANATIOOAT**

YULIA MAINESA  
NRP 1413 100 074

Dosen Pembimbing  
Prof. Mardi Santoso, Ph.D.

JURUSAN KIMIA  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2017



**FINAL PROJECT**

## **SYNTHESIS OF 2-PHENYLETHYL ALKANETHIOOATE**

**YULIA MAINESA**  
**NRP 1413 100 074**

Supervisor  
Prof. Mardi Santoso, Ph.D.

**CHEMISTRY DEPARTMENT**  
Faculty of Mathematics and Natural Sciences  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2017

# **SINTESIS 2-FENILETIL ALKANATIOOAT**

## **SKRIPSI**

Disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar sarjana pada  
Program Studi S-1 Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Oleh :

**Yulia Mainesa**  
**NRP. 1413 100 074**

Surabaya, 20 Januari 2017

**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER**  
**SURABAYA**  
**2017**

**LEMBAR PENGESAHAN**  
**SINTESIS 2-FENILETIL ALKANATIOOAT**


**SKRIPSI**

Oleh :

**Yulia Mainesa**  
**NRP. 1413 100 074**


Surabaya, 20 Januari 2017

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing

  
**Prof. Mardi Santoso, Ph.D**  
**NIP. 19650131 198910 1 001**



Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia

  
**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc**  
**NIP. 19710616 199703 1 002**

*Bismillahirrohmanirrohim*  
*Karya ini saya persembahkan untuk:*  
*Bapak, Ibu, Uni Mila, dan Adik*  
*serta untuk semua kawan-kawan yang selalu memberi*  
*dukungan dan memberi semangat*

## **SINTESIS 2-FENILETIL ALKANATIOOAT**

**Nama** : Yulia Mainesa  
**NRP** : 1413100074  
**Jurusan** : Kimia  
**Pembimbing** : Prof. Mardi Santoso, Ph.D.

### **Abstrak**

2-Feniletil ester merupakan senyawa dengan aroma floral yang tahan lama dan sering dimanfaatkan pada berbagai produk kecantikan. Sintesis 2-feniletil ester secara kimiawi maupun enzimatik membutuhkan waktu 24 jam. Intensitas aroma 2-feniletil ester menurun dengan semakin besar massa molekul relatifnya. Penelitian yang dilakukan berhasil mensintesis empat analog 2-feniletil ester berupa 2-feniletil alkanatiooat masing-masing dalam waktu 25 menit. Sintesis dilakukan dengan mereaksikan feniletil merkaptan, 4-dimetilaminopiridina, dan asil klorida sehingga diperoleh 2-feniletil pentanatiooat, 2-feniletil isobutanatiooat, 2-feniletil butanatiooat, dan 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat masing-masing dengan rendemen 92%, 88%, 92%, dan 84%. Reaksi yang berlangsung diamati dengan kromatografi lapis tipis, sedangkan identifikasi hasil sintesis dilakukan dengan kromatografi gas-spektrometer massa (GC-MS), spektrometer NMR, infra merah.

**Kata kunci:** 2-feniletil ester, 2-feniletil alkanatiooat, sintesis

## **SYNTHESIS OF 2-PHENYLETHYL ALKANETHIOOATE**

**Name** : Yulia Mainesa  
**NRP** : 1413100074  
**Departement** : Chemistry  
**Supervisor** : Prof. Mardi Santoso, Ph.D.

### **Abstract**

2-Phenylethyl esters is a compound with a floral aroma that is long-lasting and often used in a wide range of beauty products. Synthesis of 2-phenylethyl ester by chemical or enzymatic takes 24 hours. The intensity of 2-phenylethyl ester's aroma decreases with greater of relative molecular mass. Research carried out successfully synthesize four analog 2-phenylethyl esters in the form of 2-phenylethyl alkanethiooate, which each for 25 minutes. The syntesis is done by reacting of phenylethyl mercaptan, 4-dimethylaminopyridine, and acyl chloride, therefore can be obtained 2-phenylethyl pentanethiooate, 2-phenylethyl isobutane-thiooate, 2-phenylethyl butanethiooate, and 2-phenylethyl 3,3-dimethylbutanethiooate each with a yield of 92%, 88%, 92%, and 84%. Reactions were observed by using Thin Layer Chromatography, while the identification of the synthesis products are done by using Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS), Nuclear Magnetic Resonance (NMR), and Infrared spectrometer.

**Kata kunci:** 2-phenylethyl ester, 2-phenylethyl alkanethiooate, synthesis

## KATA PENGANTAR

*Alhamdulillahirabbil'alamin.* Segala puji bagi Allah SWT atas rahmat-Nya sehingga naskah skripsi yang berjudul: **Sintesis 2-Feniletil Alkanatiooat** dapat diselesaikan. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa dukungan dari semua pihak. Penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Prof. Mardi Santoso, Ph.D, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan selama proses penyusunan naskah Skripsi.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc, selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah Skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Dra. Ita Ulfin, M.Si, selaku dosen wali atas nasehat dan arahan selama ini.
4. Mbak Lidia dari Universitas Airlangga atas bantuan analisis hasil penelitian dengan spektrofotometer NMR.
5. Mas Erfan dari Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya atas bantuan analisis hasil penelitian dengan spektrofotometer IR dan GC-MS.
6. DP2M DIKTI yang telah memberi dukungan pendanaan dalam penelitian ini.
7. Kedua orang tua, keluarga yang selalu memberi dukungan, doa, serta semangat yang tiada henti.
8. Teman-teman keluarga besar Laboratorium NPCS, sahabat-sahabat Umi, Azizi, Putri, Poppy, dan Nur dan semua teman-teman yang saya sayangi yang tidak dapat saya sebutkan satu per satu, terima kasih atas segala bentuk perhatian, do'a, bantuan dan semangatnya dalam membantu penulis selama penyusunan naskah Skripsi.
9. Teman-teman mahasiswa Kimia FMIPA ITS angkatan 2013 (ANORTHITE) yang telah berjuang bersama sejak masuk kuliah yang selalu saling menyemangati.
10. Pihak-pihak yang telah membantu dan mendukung penulis dalam penyusunan naskah skripsi.



Penulis menyadari bahwa naskah skripsi ini masih terdapat kekurangan, oleh karena itu penulis sangat mengharap saran yang bersifat membangun untuk penyempurnaan naskah skripsi ini. Semoga naskah skripsi ini memberikan manfaat terutama bagi pihak-pihak yang menekuni bidang terkait.

Surabaya, 20 Januari 2017

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
LEMBAR PENGESAHAN .....	iv
ABSTRAK .....	vi
ABSTRACT .....	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI .....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL .....	xv
DAFTAR LAMPIRAN .....	xvi
BAB I. PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Permasalahan .....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1 Feniletil merkaptan (5) .....	5
2.2 4-Dimetilaminopiridina (DMAP) (2).....	5
2.3 Asil klorida (6).....	5
2.4 Kromatografi Lapis Tipis (KLT) .....	6
2.5 Identifikasi Struktur Hasil Sintesis .....	8
2.5.1 Identifikasi dengan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (GC-MS).....	8
2.5.2 Identifikasi dengan Spektrometer Resonansi Magnetik (NMR).....	9

2.5.3 Identifikasi dengan Spektrometer Infra Merah (IR)	10
BAB III. METODOLOGI	13
3.1 Alat dan Bahan	13
3.1.1 Alat	13
3.1.2 Bahan	13
3.2 Prosedur Penelitian	13
3.2.1 Sintesis 2-feniletil pentanatioat ( <b>4a</b> )	13
3.2.2 Sintesis 2-feniletil isobutanatioat ( <b>4b</b> )	14
3.2.3 Sintesis 2-feniletil butanatioat ( <b>4c</b> )	15
3.2.4 Sintesis 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatioat ( <b>4d</b> )	15
BAB IV. PEMBAHASAN	17
4.1 Sintesis 2-feniletil pentanatioat ( <b>4a</b> )	17
4.2 Sintesis 2-feniletil isobutanatioat ( <b>4b</b> )	26
4.3 Sintesis 2-feniletil butanatioat ( <b>4c</b> )	34
4.4 Sintesis 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatioat ( <b>4d</b> )	42
BAB V. KESIMPULAN	53
5.1 Kesimpulan	53
5.2 Saran	53
DAFTAR PUSTAKA	55
LAMPIRAN	59
BIODATA PENULIS	67

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1	Analisis retrosintesis 2-feniletil alkanatiooat ( <b>4a-d</b> ).....	3
Gambar 2.1	Proses kromatografi lapis tipis (KLT) .....	7
Gambar 4.1	Hasil pengamatan dengan KLT pada sintesis 2-feniletil pentanatiooat ( <b>4a</b> ).....	17
Gambar 4.2	Hasil uji kemurnian dengan KLT 2-feniletil pentanatiooat ( <b>4a</b> ) hasil sintesis.....	19
Gambar 4.3	Kromatogram 2-feniletil pentanatiooat ( <b>4a</b> ) hasil sintesis.....	19
Gambar 4.4	Spektrum massa 2-feniletil pentanatiooat ( <b>4a</b> ) hasil sintesis.....	20
Gambar 4.5	Fragmentasi 2-feniletil pentanatiooat ( <b>4a</b> ) hasil sintesis .....	21
Gambar 4.6	Spektrum <sup>1</sup> H-NMR 2-feniletil pentanatiooat ( <b>4a</b> ) hasil sintesis .....	22
Gambar 4.7	Spektrum <sup>13</sup> C-NMR 2-feniletil pentanatiooat ( <b>4a</b> ) hasil sintesis .....	23
Gambar 4.8	Spektrum infra merah 2-feniletil pentanatiooat ( <b>4a</b> ) hasil sintesis .....	23
Gambar 4.9	Mekanisme reaksi pembentukan 2-feniletil pentanatiooat ( <b>4a</b> ), 2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> ), 2-feniletil butanatiooat ( <b>4c</b> ), dan 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat ( <b>4d</b> ).....	25
Gambar 4.10	Hasil pengamatan dengan KLT pada sintesis 2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> ).....	26
Gambar 4.11	Hasil uji kemurnian dengan KLT 2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> ) hasil sintesis.....	28

Gambar 4.12	Kromatogram 2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> ) hasil sintesis .....	28
Gambar 4.13	Spektrum massa 2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> ) hasil sintesis .....	29
Gambar 4.14	Fragmentasi 2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> ) hasil sintesis .....	30
Gambar 4.15	Spektrum <sup>1</sup> H-NMR 2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> ) hasil sintesis .....	31
Gambar 4.16	Spektrum <sup>13</sup> C-NMR 2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> ) hasil sintesis .....	32
Gambar 4.17	Spektrum infra merah 2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> ) hasil sintesis.....	32
Gambar 4.18	Hasil pengamatan dengan KLT pada sintesis 2- feniletil butanatiooat ( <b>4c</b> ).....	34
Gambar 4.19	Hasil uji kemurnian dengan KLT 2-feniletil butanatiooat ( <b>4c</b> ) hasil sintesis.....	36
Gambar 4.20	Kromatogram 2-feniletil butanatiooat ( <b>4c</b> ) hasil sintesis .....	36
Gambar 4.21	Spektrum massa 2-feniletil butanatiooat ( <b>4c</b> ) hasil sintesis .....	37
Gambar 4.22	Fragmentasi 2-feniletil butanatiooat ( <b>4c</b> ) hasil sintesis .....	38
Gambar 4.23	Spektrum <sup>1</sup> H-NMR 2-feniletil butanatiooat ( <b>4c</b> ) hasil sintesis .....	39
Gambar 4.24	Spektrum <sup>13</sup> C-NMR 2-feniletil butanatiooat ( <b>4c</b> ) hasil sintesis .....	40
Gambar 4.25	Spektrum infra merah 2-feniletil butanatiooat ( <b>4c</b> ) hasil sintesis .....	40
Gambar 4.26	Hasil pengamatan dengan KLT pada sintesis 2- feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat ( <b>4d</b> ).....	42

Gambar 4.27	Hasil uji kemurnian dengan KLT 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat ( <b>4d</b> ) hasil sintesis.....	44
Gambar 4.28	Kromatogram 2-feniletil 3,3 dimetilbutanatiooat ( <b>4d</b> ) hasil sintesis.....	44
Gambar 4.29	Spektrum massa 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat ( <b>4d</b> ) hasil sintesis.....	45
Gambar 4.30	Fragmentasi 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat ( <b>4d</b> ) hasil sintesis.....	46
Gambar 4.31	Spektrum $^1\text{H}$ -NMR 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat ( <b>4d</b> ) hasil sintesis.....	47
Gambar 4.32	Spektrum $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat ( <b>4d</b> ) hasil sintesis.....	48
Gambar 4.33	Spektrum infra merah 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat ( <b>4d</b> ) hasil sintesis.....	48

## DAFTAR TABEL

Tabel 1.1	Deskripsi aroma 2-feniletil ester ( <b>1</b> ).....	2
Tabel 2.1	Sifat asil klorida.....	6
Tabel 2.2	Data pergeseran kimia $^1\text{H}$ -NMR (dalam ppm) ...	10
Tabel 2.3	Data pergeseran kimia $^{13}\text{C}$ -NMR (dalam ppm) ..	10
Tabel 2.4	Data daerah serapan infra merah (dalam $\text{cm}^{-1}$ )...	11
Tabel 4.1	Perbandingan data $^1\text{H}$ -NMR 2-feniletil pentanoat ( <b>10</b> ) dan 2-feniletil pentanatioat ( <b>4a</b> ) .....	24
Tabel 4.2	Perbandingan data $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil pentanoat ( <b>10</b> ) dan 2-feniletil pentanatioat ( <b>4a</b> ) .....	24
Tabel 4.3	Perbandingan data $^1\text{H}$ -NMR 2-feniletil 2-metilpropanoat ( <b>11</b> ) dan 2-feniletil isobutanatioat ( <b>4b</b> ) .....	33
Tabel 4.4	Perbandingan data $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil 2-metilpropanoat ( <b>11</b> ) dan 2-feniletil isobutanatioat ( <b>4b</b> ) .....	33
Tabel 4.5	Perbandingan data $^1\text{H}$ -NMR 2-feniletil butanoat ( <b>12</b> ) dan 2-feniletil butanatioat ( <b>4c</b> ) ...	41
Tabel 4.6	Perbandingan data $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil butanoat ( <b>12</b> ) dan 2-feniletil butanatioat ( <b>4c</b> ) ...	41
Tabel 4.7	Perbandingan data $^1\text{H}$ -NMR hasil sintesis ( <b>4a-d</b> ) .....	49
Tabel 4.8	Perbandingan data $^{13}\text{C}$ -NMR hasil sintesis ( <b>4a-d</b> ) .....	50

## DAFTAR LAMPIRAN

A.	Skema Kerja.....	59
A.1	Sintesis 2-feniletil pentanatiooat ( <b>4a</b> ).....	59
A.2	Sintesis 2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> ).....	60
A.3	Sintesis 2-feniletil butanatiooat ( <b>4c</b> ).....	61
A.4	Sintesis 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat ( <b>4d</b> ).....	62
B.	Perhitungan Rendemen Hasil Sintesis .....	63
B.1	Sintesis 2-feniletil pentanatiooat ( <b>4a</b> ).....	63
B.2	Sintesis 2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> ).....	64
B.3	Sintesis 2-feniletil butanatiooat ( <b>4c</b> ).....	65
B.4	Sintesis 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat ( <b>4d</b> ).....	66

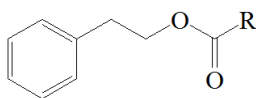


# BAB I PENDAHULUAN

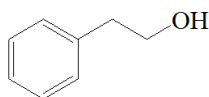
## 1.1 Latar Belakang

2-Feniletil ester (**1**) adalah cairan jernih hingga kekuningan dengan aroma *floral* yang tahan lama dan sering dimanfaatkan pada produk kecantikan, sampo, sabun, pembersih lantai, dan detergen (Arctander, 1969). 2-Feniletil format (**1a**) secara alamiah banyak ditemukan pada buah cherry, frambos, dan berry. 2-Feniletil asetat (**1b**) ditemukan pada pohon cemara (*Cinnamomum*) dan cengkeh (*Eugenia caryophyllata thunberg*) (Nijssen dkk., 2011).

2-Feniletil ester (**1**) telah disintesis oleh Li dkk., (2014) secara kimiawi dan enzimatis. Sintesis secara kimiawi melibatkan reaksi asam lemak dengan 4-dimetilaminopiridina (DMAP) (**2**), disikloheksil karbodiimida (DCC), dan 2-feniletil alkohol (**3**) dalam pelarut diklorometana pada suhu kamar selama 24 jam. Sintesis secara enzimatis melibatkan reaksi 2-feniletil alkohol (**3**), asam lemak, dan enzim lipozime dalam pelarut *n*-heksana pada suhu 40°C selama 24 jam. Sintesis secara kimiawi diperoleh 2-feniletil ester (**1**) dengan rendemen 47-66%, sedangkan secara enzimatis diperoleh rendemen 51-88%. Tabel 1.1 menunjukkan bahwa 2-feniletil ester (**1**) mempunyai aroma yang variatif dengan adanya perubahan gugus asil.



**(1)**



**(3)**

**(1a)** R=CH<sub>3</sub>

**(1b)** R=H

**(1c)** R=(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>

**(1d)** R=(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>CH<sub>3</sub>

**(1e)** R=(CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>CH<sub>3</sub>

**(1f)** R=(CH<sub>2</sub>)<sub>8</sub>CH<sub>3</sub>

**(1g)** R=(CH<sub>2</sub>)<sub>10</sub>CH<sub>3</sub>

**(1h)** R=(CH<sub>2</sub>)<sub>12</sub>CH<sub>3</sub>

**(1i)** R=(CH<sub>2</sub>)<sub>14</sub>CH<sub>3</sub>

**(1j)** R=(CH<sub>2</sub>)<sub>16</sub>CH<sub>3</sub>

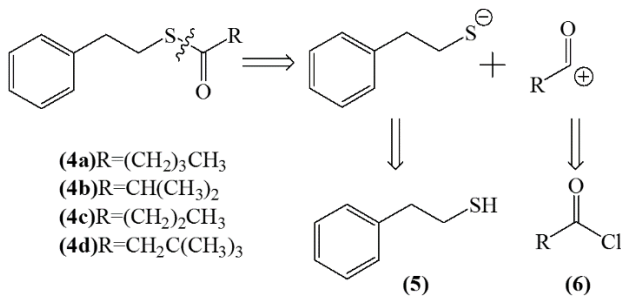
Tabel 1.1 Deskripsi aroma 2-feniletil ester (**1**)

Senyawa	Deskripsi Aroma
2-Feniletil asetat ( <b>1a</b> )	<i>floral</i>
2-Feniletil format ( <b>1b</b> )	<i>rosy, green-herbaceous</i>
2-Feniletil butanoat ( <b>1c</b> )	<i>floral, fruity</i>
2-Feniletil heksanoat ( <b>1d</b> )	<i>fruity, rosy, pineapple-like</i>
2-Feniletil oktanoat ( <b>1e</b> )	<i>warm, fruity, wine-like</i>
2-Feniletil dekanat ( <b>1f</b> )	<i>animalic, mild, sweet, green, floral</i>
2-Feniletil dodekanoat ( <b>1g</b> )	<i>floral, honey, mild, green</i>
2-Feniletil tetradekanoat ( <b>1h</b> )	<i>green, honey, floral, smooth, sweet, chocolaty, pleasant</i>
2-Feniletil heksadekanoat ( <b>1i</b> )	<i>honey-like, sweet, floral, mild, chocolaty, rosy</i>
2-Feniletil oktadekanoat ( <b>1j</b> )	<i>rubbery, plastic, honey, latex, burnt, heavy</i>

Sintesis 2-feniletil ester (**1**) yang dilaporkan oleh Li dkk., (2014) membutuhkan waktu sintesis yang lama (24 jam). Intensitas aroma ester menurun dengan semakin besar massa molekul relatifnya (Belitz dkk., 2009). Industri *flavours* dan *fragrances* memerlukan ester dengan aroma yang kuat dan massa molekul yang tinggi agar dapat memperpanjang aroma yang dihasilkan. Ester yang mengandung sulfur dapat disintesis untuk menghasilkan senyawa dengan aroma yang kuat dan massa molekul yang tinggi. Senyawa *flavour* yang mengandung sulfur menunjukkan tingkat ambang sensorik yang sangat rendah dengan aroma yang sangat kuat (Liu dkk., 2010). Studi literatur yang telah dilakukan mendapatkan bahwa sintesis 2-feniletil alkanatiooat (**4a-d**) yang merupakan analog dari 2-feniletil ester (**1**) belum pernah dilaporkan, dan diperkirakan mempunyai aroma yang bervariasi dengan ambang sensorik yang sangat rendah.

## 1.2 Permasalahan

Permasalahan yang diangkat dalam penelitian ini adalah bagaimana mensintesis 2-feniletil alkanatiooat (**4a-d**) dengan pendekatan analisis retrosintesis seperti dapat dilihat pada Gambar 1.1.



Gambar 1.1 Analisis Retrosintesis 2-feniletil alkanatiooat (**4a-d**)

## 1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian yang dilakukan bertujuan untuk mendapatkan 2-feniletil alkanatiooat (**4a-d**) mengikuti analisis retrosintesis seperti dilihat pada Gambar 1.1.

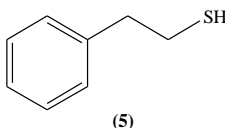
***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

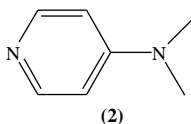
#### 2.1 Feniletil merkaptan (5)

Feniletil merkaptan (5) merupakan senyawa *flavour* yang memiliki aroma *rubbery* dan *sulfurous* dengan titik didih 218 °C dan titik nyala 90 °C. Feniletil merkaptan (5) berupa cairan tidak berwarna dengan rumus molekul  $C_8H_{10}S$  dan massa molekul relatif 138,23 g/mol (www.zigmaaldrich.com).



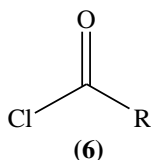
#### 2.2 4-Dimetilaminopiridina (DMAP) (2)

DMAP berwujud kristal putih, memiliki titik didih 162°C (pada tekanan 50 mmHg), titik leleh 110-113°C, dan massa molekul relatif 122,17 g/mol (Maryadele, 2006). DMAP adalah senyawa organik heterosiklik bersifat basa dengan rumus molekul  $C_7H_{10}N_2$ . Pasangan elektron bebas nitrogen pada cincin piridina dalam molekul 4-dimetilaminopiridina tidak ikut terdelokalisasi oleh sistem resonansi (Wiratno, 2009).



#### 2.3 Asil klorida (6)

Asil klorida (6) yang digunakan dalam penelitian adalah pentanoil klorida (6a), isobutiril klorida (6b), butiril klorida (6c), dan 3,3-dimetilbutiril klorida (6d) dengan sifat sebagaimana dapat dilihat pada Tabel 2.1 (Whidolz, 1976).



**(6a)**  $R=(CH_2)_3CH_3$

**(6b)**  $R=CH(CH_3)_2$

**(6c)**  $R=(CH_2)_2CH_3$

**(6d)**  $R=CH_2C(CH_3)_3$

Tabel 2.1 Sifat asil klorida

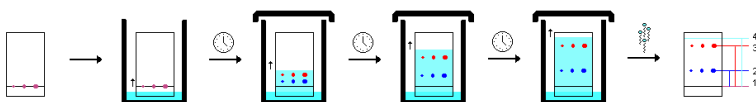
Asil klorida (6)	Massa Molekul Relatif (g/mol)	Titik Didih (°C)	Massa Jenis (g/mL)	Sifat
Pentanoil klorida <b>(6a)</b>	122,58	125-127	0,99	Cairan jernih, berbau menyengat
Isobutiril klorida <b>(6b)</b>	106,55	91-93	1,017	cairan jernih, berbau menyengat
Butiril klorida <b>(6c)</b>	106,55	102	1,017	cairan jernih, berbau asam yang kuat
3,3-Dimetilbutiril klorida <b>(6d)</b>	134,60	127-129	0,969	berbau menyengat, mudah terbakar

## 2.4 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

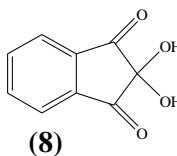
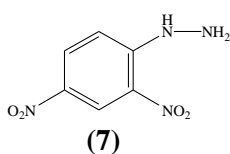
KLT merupakan salah satu jenis kromatografi cair yang dapat dimanfaatkan untuk memisahkan suatu komponen dari campuran berdasarkan perbedaan kepolaran (Brady, 1994). KLT

didefinisikan sebagai salah satu metode pemisahan komponen menggunakan fase diam berupa plat tipis yang dilapisi dengan adsorben seperti silika gel. Fase gerak yang digunakan dalam KLT sering disebut sebagai eluen, yang dipilih berdasarkan pada polaritas senyawa dan biasanya merupakan campuran beberapa cairan yang berbeda polaritas dengan perbandingan tertentu (Khopkar, 2008).

Prinsip pemisahan dengan KLT dapat dilihat pada Gambar 2.1. Campuran yang akan dipisahkan dengan KLT dilarutkan pada suatu pelarut yang sesuai, kemudian ditotolkan pada bagian bawah plat KLT menggunakan pipa kapiler dan dikeringkan. Plat selanjutnya dielusi dalam suatu bejana yang berisi eluen dengan uap eluen. Pelarut kemudian naik hingga bagian tertentu dari plat, dan selanjutnya dikeringkan. Proses penampakan noda pada plat KLT kemudian dilakukan dengan penyinaran sinar ultraviolet, uap iodina atau dengan penyemprotan menggunakan senyawa kimia tertentu seperti 2,4-dinitrofenilhidrazina (**7**) dan ninhidrina (**8**) (Gritter, 1991). Kemurnian senyawa dapat diketahui dari bentuk noda pada plat, jika noda pada plat terlihat tunggal maka senyawa tersebut telah murni. Uji kemurnian dengan metode KLT harus dilakukan dengan variasi eluen. Identifikasi senyawa pada KLT didasarkan pada nilai  $R_f$ , dibandingkan terhadap senyawa standar (Poole dan Salwa, 1991).



Gambar 2.1 Proses Kromatografi Lapis Tipis (KLT)



## **2.5 Identifikasi Struktur Hasil Sintesis**

### **2.5.1 Identifikasi dengan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (GC-MS)**

Kromatografi gas-spektrometer massa (GC-MS) merupakan gabungan dari kromatografi gas dan spektrometer massa yang dihubungkan dengan suatu interfase. Kromatografi gas berfungsi sebagai alat pemisah berbagai komponen campuran dalam sampel, sedangkan spektrometer massa berfungsi untuk mendeteksi masing-masing komponen yang telah dipisahkan pada sistem kromatografi gas (Hart, 2003). Sampel yang dapat dianalisa dengan GC-MS harus dapat diuapkan sampai suhu 400 °C dan secara termal stabil (tidak terdekomposisi pada suhu 400 °C). Prinsip utama pemisahan dalam kromatografi gas adalah berdasarkan perbedaan laju migrasi masing-masing komponen ketika melalui kolom (Fessenden dan Fessenden, 1999). Prinsip kerja dari spektrometer massa adalah ionisasi uap molekul sampel sehingga terbentuk ion molekul dan fragmen-fragmen yang kemudian dipisahkan menurut rasio massa terhadap muatan ( $m/z$ ), serta menentukan jumlah relatif setiap ion yang terbentuk (Hart, 2003; Pavia, 1995).

Fase gerak yang biasa digunakan dalam GC-MS adalah gas inert seperti helium. Fase gerak membawa sampel melalui fase diam yang ditempatkan dalam kolom. Sampel dalam fase gerak berinteraksi dengan fase diam dengan kecepatan yang berbeda-beda. Molekul dengan interaksi yang tercepat akan keluar dari kolom lebih dulu, dan yang terlambat akan keluar paling akhir. Komponen-komponen yang telah terpisah kemudian menuju detektor spektrometer massa setelah melalui interface. GC-MS akan memberikan sinyal yang kemudian ditampilkan dalam komputer sebagai kromatogram, dengan sumbu x yang menunjukkan waktu retensi (waktu saat sampel diinjeksikan sampai elusi berakhir), dan sumbu y menunjukkan intensitas sinyal (Hart, 2003).



### 2.5.2 Identifikasi dengan Spektrometer Resonansi Magnetik (NMR)

Spektrometer NMR merupakan alat utama yang digunakan pada penentuan struktur molekul organik (Hart, 2003). Prinsip dari spektrometer NMR adalah penyerapan gelombang radio oleh inti-inti tertentu dalam molekul organik yang berada dalam medan magnet kuat. Inti atom memiliki muatan positif, dan muatan yang berputar mengelilingi sumbu inti menyebabkan adanya momentum sudut yang disebut sebagai bilangan kuantum spin ( $I$ ). Bilangan kuantum spin digunakan sebagai parameter aktif ada tidaknya unsur dalam spektrometer NMR. Inti  $^{12}\text{C}$  tidak bersifat magnet aktif ( $I=0$ ), tetapi inti  $^{13}\text{C}$  bersifat aktif dengan angka kuantum spin ( $I = \frac{1}{2}$ ) (Carey, 2000).

Inti yang paling penting dalam penentuan struktur dalam bidang kimia organik adalah  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$ . Keberadaan kedua atom tersebut dapat dianalisis menggunakan spektrometer proton NMR ( $^1\text{H}$ -NMR) dan spektrometer karbon NMR ( $^{13}\text{C}$ -NMR). Informasi yang diberikan berupa spektrum  $^1\text{H}$ -NMR yang menunjukkan jumlah, jenis, dan susunan atom hidrogen dalam suatu molekul, sedangkan pada spektrometer  $^{13}\text{C}$ -NMR memberikan informasi mengenai kerangka karbon pada suatu molekul (Hart, 2003).

Analisis menggunakan NMR memerlukan senyawa pembanding, dan yang biasa digunakan adalah tetrametilsilana  $(\text{CH}_3)_4\text{Si}$  atau yang disingkat TMS (Breitmaier, 2003). TMS bersifat inert, tidak larut dalam air, dan ditambahkan pada sampel sebelum melakukan pengukuran dengan NMR. Frekuensi pergeseran satu proton dari TMS bergantung pada kekuatan medan magnet eksternal yang digunakan, semakin besar medan magnet yang digunakan akan semakin besar perbedaan frekuensi dari TMS. Parameter yang tidak bergantung pada kekuatan medan magnet eksternal disebut pergeseran kimia yang disimbolkan dengan  $\delta$ , yang merupakan perbandingan pergeseran TMS (Hz) terhadap frekuensi spektrometer NMR yang digunakan (MHz) (Carey, 2000). Data  $\delta$  untuk  $^1\text{H}$ -NMR dapat dilihat pada Tabel 2.2,

sedangkan untuk  $^{13}\text{C}$ -NMR dapat dilihat pada Tabel 2.3 (Bruice, 2004).

Tabel 2.2 Data pergeseran kimia  $^1\text{H}$ -NMR (dalam ppm)

Jenis Proton	Pergeseran Kimia ( $\delta$ )	Jenis Proton	Pergeseran Kimia ( $\delta$ )
$(\text{CH}_3)_4\text{Si}$	0	$\text{ArH}$	6,5-8
$\text{RCH}_3$	0,7-0,9	$\text{RCHO}$	9,0-10
$\text{R}_2\text{CH}_2$	1,2-1,6	$\text{RCH}_2\text{I}$	2,5-4,0
$\text{R}_3\text{CH}$	1,4-1,8	$\text{RCH}_2\text{Br}$	2,5-4,0
$\text{RCOCH}_3$	2,0-2,4	$\text{RNH}_2$	1,5-4,0
$\text{Ar-CH}_3$	2,4-2,7	$\text{ROH}$	2,5-5,0
$\text{RC}\equiv\text{CH}$	2,5-3,0	$\text{ArOH}$	4,0-7,0
$\text{ROCH}_3$	3,3-4,0	$\text{RCOOH}$	10-12
$\text{R}_2\text{C=CH}_2$	4,6-5,0	$\text{RCOOCH}$	3,7-4,3
$\text{R}_2\text{C=CHR}$	4,6-5,7	$\text{HCCOOR}$	2,0-2,2

Tabel 2.3 Data pergeseran kimia  $^{13}\text{C}$ -NMR (dalam ppm)

Jenis Karbon	Pergeseran Kimia ( $\delta$ )	Jenis Karbon	Pergeseran Kimia ( $\delta$ )
$(\text{CH}_3)_4\text{Si}$	0	$\text{C-Br}$	25-65
$\text{RCH}_3$	8-35	$\text{C-Cl}$	35-80
$\text{R}_2\text{CH}_2$	15-50	$\text{C-N}$	40-60
$\text{R}_3\text{CH}$	20-60	$\text{C-O}$	50-80
$\text{CR}_4$	30-40	$\text{RCHO}$	190-200
$\text{C}\equiv\text{CH}$	65-85	$\text{RCOR}$	205-220
$\text{R=CH}_2$	100-150	$\text{RCO}_2\text{H}$	175-185
$\text{ArC, ArCH}$	110-170	$\text{RCO}_2\text{R}$	165-175

### 2.5.3 Identifikasi dengan Spektrometer Infra Merah (IR)

Spektrometer infra merah (IR) merupakan suatu peralatan yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan jenis ikatan dari suatu molekul. Metode ini didasarkan pada gerakan vibrasi dari atom atau molekul. Spektrum infra merah yang

dihasilkan merupakan puncak-puncak yang sesuai dengan frekuensi gerak vibrasi dan bagian-bagian molekul sampel (Stuart, 2004).

Radiasi infra merah terletak pada panjang gelombang yang lebih panjang (energi lebih rendah) dari pada cahaya tampak. Radiasi infra merah bersesuaian dengan energi yang berkaitan dengan getaran molekul. Penyerapan radiasi dicatat, dan dihasilkan spektrum infra merah. Rentang energi getaran untuk molekul organik pada bilangan gelombang  $1200\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ , dan bermanfaat untuk mendeteksi gugus fungsi senyawa organik. Cuplikan yang diukur dengan spektrometer ditempatkan dalam sel yang biasanya terbuat dari kristal garam (Pine dkk., 1980).

Spektrum infra merah secara umum tidak dapat digunakan untuk menyimpulkan struktur molekul sepenuhnya, spektrometer infra merah merupakan pelengkap untuk menentukan struktur suatu senyawa organik (Hoffman, 2004). Tabel 2.4 menyajikan data daerah serapan infra merah (Fessenden dan Fessenden, 1999; Silverstein, 2005).

Tabel 2.4 Data daerah serapan infra merah (dalam  $\text{cm}^{-1}$ )

Jenis Ikatan	Bilangan Gelombang	Jenis Ikatan	Bilangan Gelombang
C=C	1600-1700	C-H ( $\text{sp}^3$ )	2800-3000
C-C	1450-1600	C-H ( $\text{sp}^2$ )	3000-3300
C $\equiv$ C	2100-2250	C-H (sp)	~ 3300
C $\equiv$ N	2200-2400	C-H (Aldehida)	2820-2900
O-H	3000-3700	C=O (Aldehida)	1720-1740
N-H	3000-3700	C=O (Keton)	1705-1750
C-N (Amina)	900-1300	C=O (Ester)	1735-1750
C-O (Eter)	1050-1260	C-S	600-700

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian adalah corong pisah, labu Erlenmeyer, labu bulat, labu ukur, *hot plate stirrer*, gelas ukur, kaca arloji, *chamber* KLT, lemari asam, *magnetic stirrer*, neraca analitis Sartorius CP224S, pipet mikro 10-100  $\mu\text{L}$  Socorex 21082178, pipet ukur, pipet tetes, spatula, vial, plat KLT aluminium silika gel F<sub>254</sub>, pipa kapiler, lampu UV ( $\lambda$  254 dan 365 nm), kromatografi gas-spektrometer massa HP 5890 SERIES II, spektrometer infra merah Shimadzu FTIR 8400S, dan spektrometer NMR JEOL ECS (400 MHz).

##### **3.1.2 Bahan**

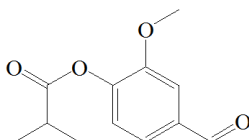
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian adalah feniletil merkaptan (**5**), pentanoil klorida (**6a**) (Merck 808544), isobutiril klorida (**6b**) (Merck 801976), butiril klorida (**6c**) (Merck 801977), 3,3-dimetilbutiril klorida (**6d**) (Aldrich B88802), dimetilaminopiridina (DMAP) (**2**) (Fluka 39405), diklorometana (Merck 106050), asam klorida (Merck 100317), natrium hidroksida (Merck 106469), natrium bikarbonat (Merck 106329), magnesium sulfat anhidrat (Merck 105886), *n*-heksana (Merck 104367), etil asetat (Merck 109623), kloroform (Merck 102445), natrium hidrida (Merck 814552) dan akuades.

#### **3.2 Prosedur Penelitian**

##### **3.2.1 Sintesis 2-feniletil pentanatiooat (4a)**

Sintesis 2-feniletil pentanatiooat (**4a**) dilakukan dengan mengadaptasi prosedur sintesis 4-formil-2-metoksifenil isobutirat (**9**) (Santoso dkk., 2009). Larutan feniletil merkaptan (**5**) (536,0  $\mu\text{L}$ ; 4,00 mmol), dan DMAP (**2**) (0,49 g; 4,00 mmol) dalam diklorometana (20 mL), ditambahkan pentanoil klorida (**6a**) (522,0  $\mu\text{L}$ ; 4,40 mmol) tetes demi tetes sambil diaduk. Larutan diaduk lebih lanjut pada suhu ruang selama 25 menit (reaksi yang

berlangsung diamati dengan KLT menggunakan eluen *n*-heksana:kloroform (25:1)). Hasil reaksi kemudian ditambah diklorometana (20 mL) dan dicuci berturut-turut dengan akuades (3x25 mL), larutan asam klorida 5% (4x25 mL), larutan natrium hidroksida 5% (3x25 mL), dan larutan natrium bikarbonat 5% (3x25 mL). Fasa organik selanjutnya dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, direaksikan dengan natrium hidrida (16 mg; 0,40 mmol) pada suhu ruang selama 60 menit. Hasil reaksi kemudian dicuci dengan akuades (3x25mL), dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan diuapkan dengan *rotary evaporator*. Uji kemurnian hasil sintesis dilakukan dengan KLT. Hasil sintesis yang telah murni ditimbang, dan diidentifikasi menggunakan kromatografi gas-spektrometer massa, spektrometer NMR, dan spektrometer infra merah.



(9)

### 3.2.2 Sintesis 2-feniletil isobutanatiooat (4b)

Sintesis 2-feniletil isobutanatiooat (**4b**) dilakukan dengan mengadaptasi prosedur sintesis 2-feniletil pentanatiooat (**4a**). Larutan feniletil merkaptan (**5**) (103,14  $\mu$ L; 0,77 mmol), dan DMAP (**2**) (0,24 g; 2,00 mmol) dalam diklorometana (20 mL), ditambahkan isobutiril klorida (**6b**) (209,54  $\mu$ L; 2,00 mmol) tetes demi tetes sambil diaduk. Larutan diaduk lebih lanjut pada suhu ruang selama 25 menit (reaksi yang berlangsung diamati dengan KLT menggunakan eluen *n*-heksana:kloroform (25:1)). Hasil reaksi kemudian ditambah diklorometana (20 mL) dan dicuci berturut-turut dengan akuades (3x25 mL), larutan asam klorida 5% (4x25 mL), larutan natrium hidroksida 5% (3x25 mL), dan larutan natrium bikarbonat 5% (3x25 mL). Fasa organik selanjutnya

dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, direaksikan dengan natrium hidrida (0,016 g; 0,40 mmol) pada suhu ruang selama 60 menit. Hasil reaksi kemudian dicuci dengan akuades (3x25mL), dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan diuapkan dengan *rotary evaporator*. Uji kemurnian hasil sintesis dilakukan dengan KLT. Hasil sintesis yang telah murni ditimbang, dan diidentifikasi menggunakan kromatografi gas-spektrometer massa, spektrometer NMR, dan spektrometer infra merah.

### 3.2.3 Sintesis 2-feniletil butanatiooat (4c)

Sintesis 2-feniletil butanatiooat (**4c**) dilakukan dengan mengadaptasi prosedur sintesis 2-feniletil pentanatiooat (**4a**). Larutan feniletil merkaptan (**5**) (536,0  $\mu$ L; 4,00 mmol), dan DMAP (**2**) (0,49 g; 4,00 mmol) dalam diklorometana (20 mL), ditambahkan butiril klorida (**6c**) (455,0  $\mu$ L; 4,40 mmol) tetes demi tetes sambil diaduk. Larutan diaduk lebih lanjut pada suhu ruang selama 25 menit (reaksi yang berlangsung diamati dengan KLT menggunakan eluen *n*-heksana:kloroform (25:1)). Hasil reaksi kemudian ditambah diklorometana (20 mL) dan dicuci berturut-turut dengan akuades (3x25 mL), larutan asam klorida 5% (4x25 mL), larutan natrium hidroksida 5% (3x25 mL), dan larutan natrium bikarbonat 5% (3x25 mL). Fasa organik selanjutnya dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, direaksikan dengan natrium hidrida (0,016 g; 0,40 mmol) pada suhu ruang selama 60 menit. Hasil reaksi kemudian dicuci dengan akuades (3x25mL), dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan diuapkan dengan *rotary evaporator*. Uji kemurnian hasil sintesis dilakukan dengan KLT. Hasil sintesis yang telah murni ditimbang, dan diidentifikasi menggunakan kromatografi gas-spektrometer massa, spektrometer NMR, dan spektrometer infra merah.

### 3.2.4 Sintesis 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat (4d)

Sintesis 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat (**4d**) dilakukan dengan mengadaptasi prosedur sintesis 2-feniletil pentanatiooat (**4a**). Larutan feniletil merkaptan (**5**) (536,0  $\mu$ L; 4,00 mmol) dan DMAP (**2**) (0,49 g; 4,00 mmol) dalam diklorometana (20 mL),

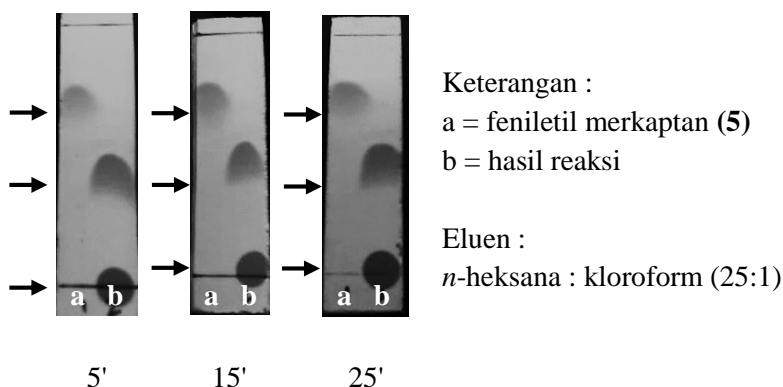
ditambahkan 3,3-dimetilbutiril klorida (**6d**) (611,0  $\mu\text{L}$ ; 4,40 mmol) tetes demi tetes sambil diaduk. Larutan diaduk lebih lanjut pada suhu ruang selama 25 menit (reaksi yang berlangsung diamati dengan KLT menggunakan eluen *n*-heksana:kloroform (25:1)). Hasil reaksi kemudian ditambah diklorometana (20 mL) dan dicuci berturut-turut dengan akuades (3x25 mL), larutan asam klorida 5% (4x25 mL), larutan natrium hidroksida 5% (3x25 mL), dan larutan natrium bikarbonat 5% (3x25 mL). Fasa organik selanjutnya dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, direaksikan dengan natrium hidrida (0,016 g; 0,40 mmol) pada suhu ruang selama 60 menit. Hasil reaksi kemudian dicuci dengan akuades (3x25mL), dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan diuapkan dengan *rotary evaporator*. Uji kemurnian hasil sintesis dilakukan dengan KLT. Hasil sintesis yang telah murni ditimbang, dan diidentifikasi menggunakan kromatografi gas-spektrometer massa, spektrometer NMR, dan spektrometer infra merah.



## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

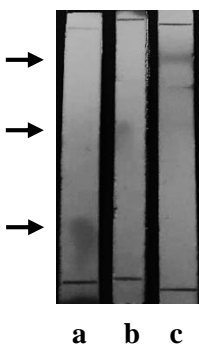
### 4.1 Sintesis 2-feniletil pentanatioat (**4a**)

Sintesis 2-feniletil pentanatioat (**4a**) dilakukan dengan mengadaptasi prosedur sintesis 4-formil-2-metoksifenil isobutirat (**9**) (Santoso dkk., 2009). Sintesis dilakukan dengan mereaksikan feniletil merkaptan (**5**), 4-dimetilaminopiridina (DMAP) (**2**), dan pentanoil klorida (**6a**) dalam diklorometana. Reaksi yang berlangsung diamati dengan kromatografi lapis tipis (KLT), dan memberikan hasil seperti dapat dilihat pada Gambar 4.1. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa hasil reaksi telah terbentuk setelah reaksi berlangsung selama lima menit yang ditandai dengan adanya noda dengan Rf yang berbeda dengan noda Rf feniletil merkaptan (**5**), dan noda feniletil merkaptan (**5**) sudah tidak terdapat pada noda hasil reaksi yang mengindikasikan reaksi telah berlangsung tuntas. Pengamatan reaksi pada menit ke 15 dan 25 juga menunjukkan hasil serupa yang mengindikasikan bahwa feniletil merkaptan (**5**) telah bereaksi sepenuhnya.



Gambar 4.1 Hasil pengamatan dengan KLT pada sintesis 2-feniletil pentanatioat (**4a**)

Hasil reaksi selanjutnya dilarutkan dalam diklorometana, dan dicuci berturut-turut dengan akuades, larutan asam klorida 5%, larutan natrium hidroksida 5%, dan larutan natrium bikarbonat 5%. Pencucian dengan akuades dilakukan untuk melarutkan garam-garam yang terbentuk sehingga terpisah dari fasa organik. Pencucian menggunakan larutan asam klorida 5% bertujuan untuk mengubah kemungkinan adanya DMAP yang belum bereaksi menjadi garam amina agar larut dalam air, sedangkan pencucian menggunakan larutan natrium hidroksida 5% dan larutan natrium bikarbonat 5% bertujuan untuk mengubah kemungkinan adanya asam-asam karboksilat yang terbentuk menjadi garam natrium karboksilat agar mudah larut dalam air. Fasa organik dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan direaksikan dengan natrium hidrida selama 60 menit. Hasil reaksi kemudian dicuci dengan akuades, dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan diuapkan dengan *rotary evaporator*. Pencucian dengan natrium hidrida bertujuan untuk mengubah kemungkinan adanya asam-asam karboksilat yang terbentuk menjadi garam natrium karboksilat agar mudah larut dalam air. Pengeringan dengan magnesium sulfat anhidrat bertujuan untuk menghilangkan air yang masih tersisa dalam fasa organik. Uji kemurnian hasil sintesis dilakukan dengan KLT menunjukkan noda tunggal seperti dapat dilihat pada Gambar 4.2 yang mengindikasikan hasil sintesis sebagai senyawa murni.



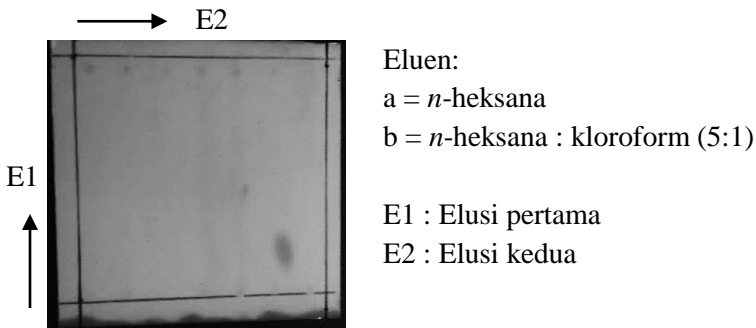
Keterangan :

Eluen :

a = *n*-heksana

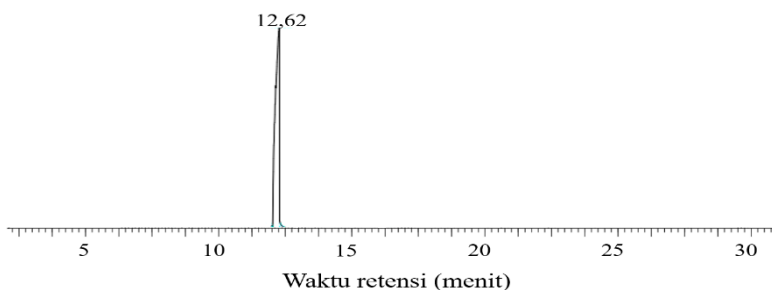
b = *n*-heksana : kloroform (5:1)

c = *n*-heksana : etil asetat (10:1)



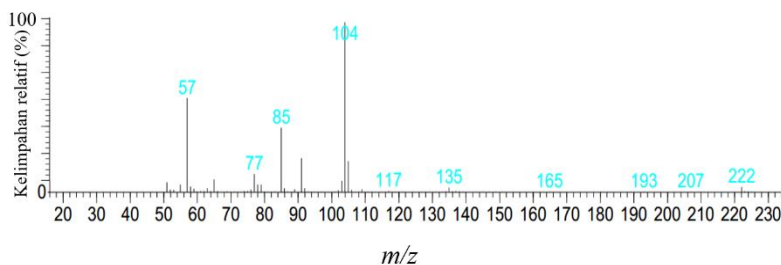
Gambar 4.2 Hasil uji kemurnian dengan KLT 2-feniletil pentanatioat (**4a**) hasil sintesis

Identifikasi hasil sintesis menggunakan kromatografi gas-spektrometer massa memberikan kromatogram sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.3 yang menunjukkan puncak utama dengan waktu retensi 12,62 menit, dan spektrum massa sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.4. Spektrum massa hasil sintesis menunjukkan puncak ion molekul pada  $m/z$  222 yang sesuai dengan massa relatif 2-feniletil pentanatioat (**4a**).



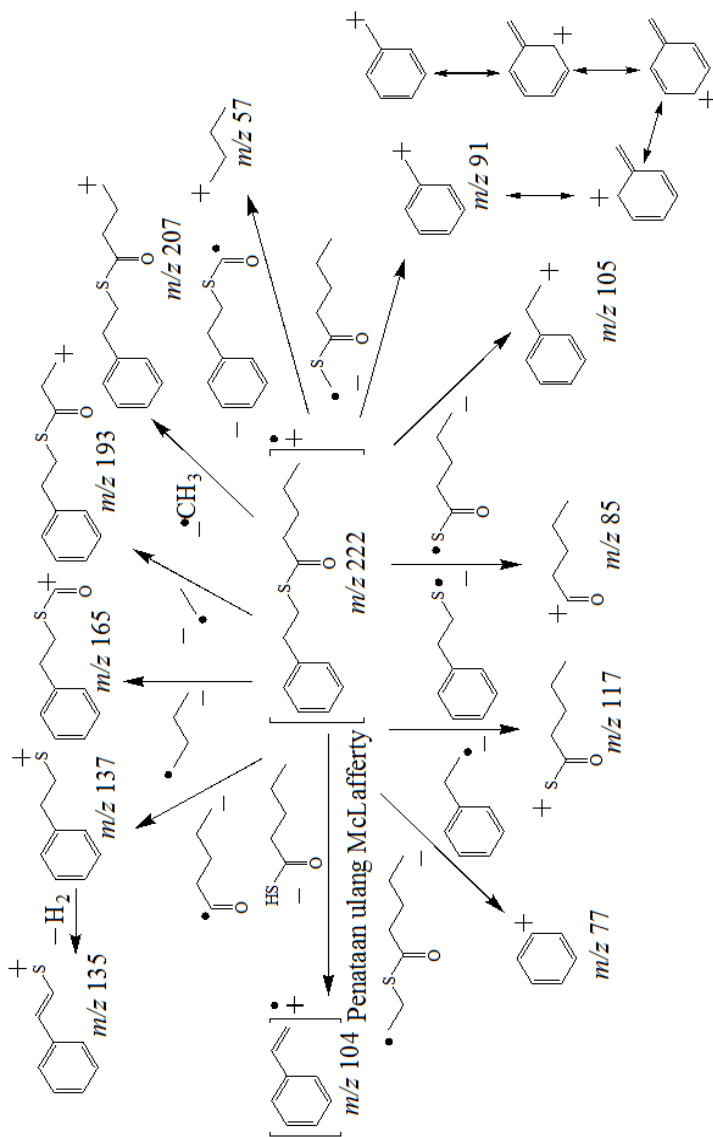
Gambar 4.3 Kromatogram 2-feniletil pentanatioat (**4a**) hasil sintesis. Kondisi operasi: GC-MS HP 5890 SERIES II, kolom HP 5MS, program suhu oven 60-240°C (12°C/menit), isothermal pada 240°C selama 30 menit.

Penataan ulang McLafferty ion molekul diperoleh radikal kation dengan puncak pada  $m/z$  104 yang merupakan puncak dasar dengan melepaskan asam pentanatioat. Pelepasan radikal metil, etil, dan butil dari ion molekul masing-masing dihasilkan kation-kation dengan puncak pada  $m/z$  207, 193, dan 165. Fragmentasi dari ion molekul juga menghasilkan puncak-puncak pada  $m/z$  137, 135, 117, 105, 91, 85, 77, dan 57 sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.5.

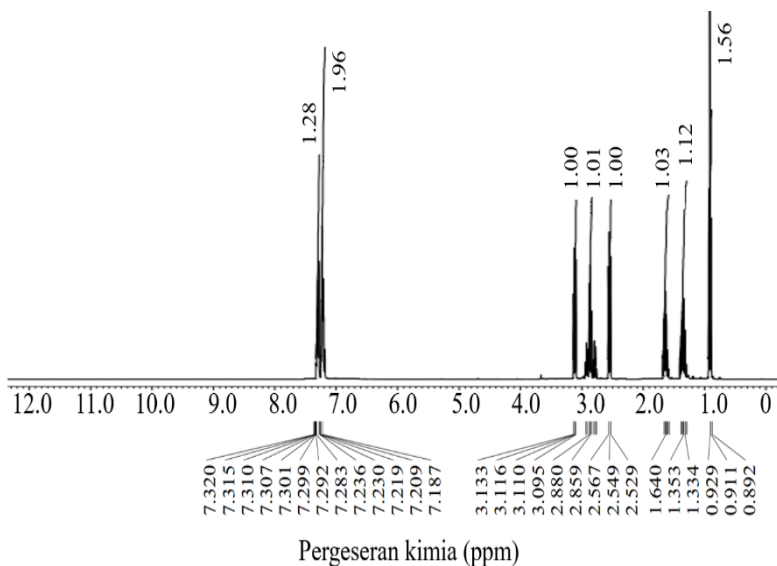


Gambar 4.4 Spektrum massa 2-feniletil pentanatioat (**4a**) hasil sintesis

Identifikasi hasil sintesis sebagai 2-feniletil pentanatioat (**4a**) diperkuat dengan identifikasi dengan spektrometer NMR. Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  hasil sintesis (dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ ) sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.6 menunjukkan tujuh sinyal dengan perbandingan integrasi 3:2:2:2:2:2:5. Proton-proton gugus pentanoil memberikan sinyal-sinyal triplet pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 0,91 ppm (integrasi 3) dan 2,55 ppm (integrasi 2) masing-masing merupakan sinyal dari tiga proton dari gugus metil dan dua proton dari gugus metilena; sinyal sektet pada  $\delta$  1,34 ppm (integrasi 2) dan sinyal kuintet pada  $\delta$  1,64 ppm (integrasi 2) masing-masing merupakan sinyal dari empat proton dari dua gugus metilena. Proton-proton dua gugus metilena dari gugus 2-feniletil memberikan dua sinyal triplet pada  $\delta$  2,86 ppm (integrasi 2), dan 3,12 ppm (integrasi 2). Proton-proton aromatik memberikan sinyal multiplet pada  $\delta$  7,19-7,32 ppm (integrasi 5).

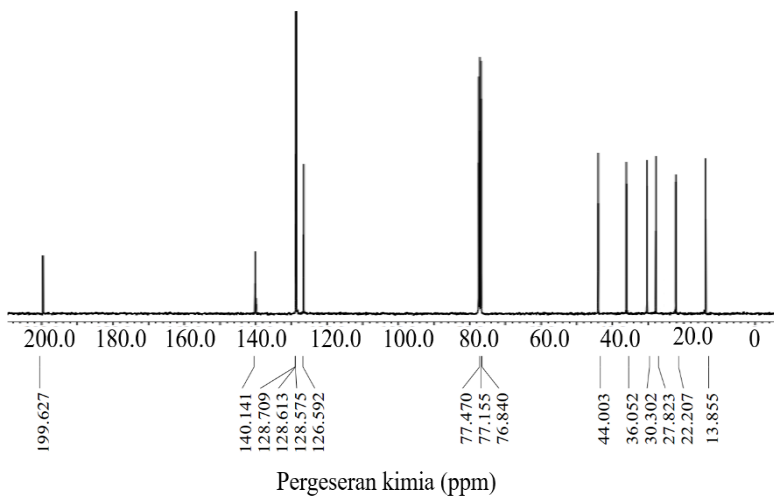


Gambar 4.5 Fragmentasi 2-feniletil pentanoat (**4a**) hasil sintesis

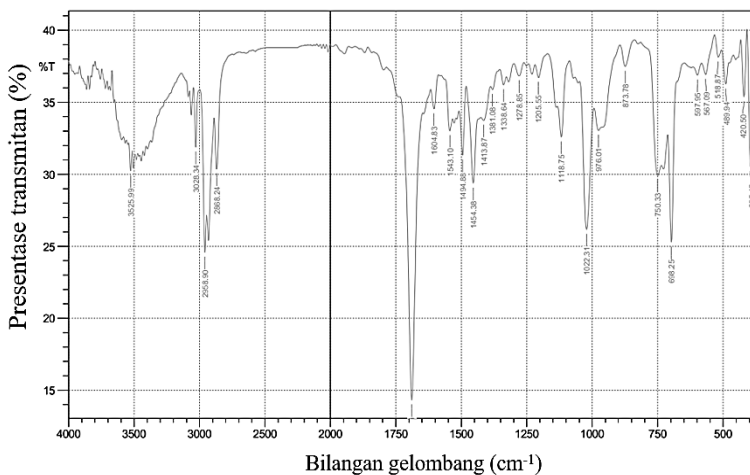


Gambar 4.6 Spektrum  $^1\text{H}$ -NMR 2-feniletil pentanatiooat (**4a**) hasil sintesis

Spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR hasil sintesis menunjukkan sepuluh sinyal sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.7 yang memperkuat kesimpulan hasil sintesis sebagai 2-feniletil pentanatiooat (**4a**). Karbon gugus metil dan karbon dari lima gugus metilena memberikan sinyal pada  $\delta$  13,86, 22,21, 27,82, 30,30, 36,05, dan 44,00 ppm. Karbon aromatik memberikan sinyal pada  $\delta$  126,59, 128,58, 128,71, dan 140,14 ppm, sedangkan karbon gugus karbonil memberikan sinyal pada  $\delta$  199,63 ppm. Keberadaan gugus karbonil diperkuat dengan adanya serapan pada bilangan gelombang  $1690\text{ cm}^{-1}$  pada spektrum infra merah, sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.8. Perbandingan data  $^1\text{H}$ -NMR dan  $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil pentanoat (**10**) (Maharani dan Santoso, 2015) dan 2-feniletil pentanatiooat (**4a**) dapat dilihat pada Tabel 4.1 dan Tabel 4.2.



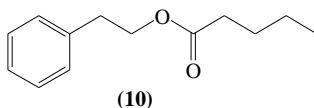
Gambar 4.7 Spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil pentanatiooat (**4a**) hasil sintesis



Gambar 4.8 Spektrum infra merah 2-feniletil pentanatiooat (**4a**) hasil sintesis

Tabel 4.1 Perbandingan data  $^1\text{H}$ -NMR 2-feniletil pentanoat (**10**) dan 2-feniletil pentanatioat (**4a**)

Proton	Pergeseran kimia ( $\delta$ ) (dalam ppm)	
	2-feniletil pentanoat ( <b>10</b> )	2-feniletil pentanatioat ( <b>4a</b> )
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	0,94 (t, $J=7,4$ Hz, 3H)	0,91 (t, $J=7,6$ Hz, 3H)
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	1,31-1,39 (m, $J=7,4$ Hz, 2H)	1,34 (sek, $J=7,6$ Hz, 2H)
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	1,59-1,65 (m, $J=7,5$ Hz, 2H)	1,64 (kuin, $J=7,6$ Hz, 2H)
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	2,31 (t, $J=7,5$ Hz, 2H)	2,55 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)
$\text{Ph-CH}_2\text{CH}_2$	2,96 (t, $J=7,1$ Hz, 2H)	2,86 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)
$\text{Ph-CH}_2\text{CH}_2$	4,32 (t, $J=7,1$ Hz, 2H)	3,12 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)
ArH	7,24-7,34 (m, 5H)	7,21-7,32 (m, 5H)



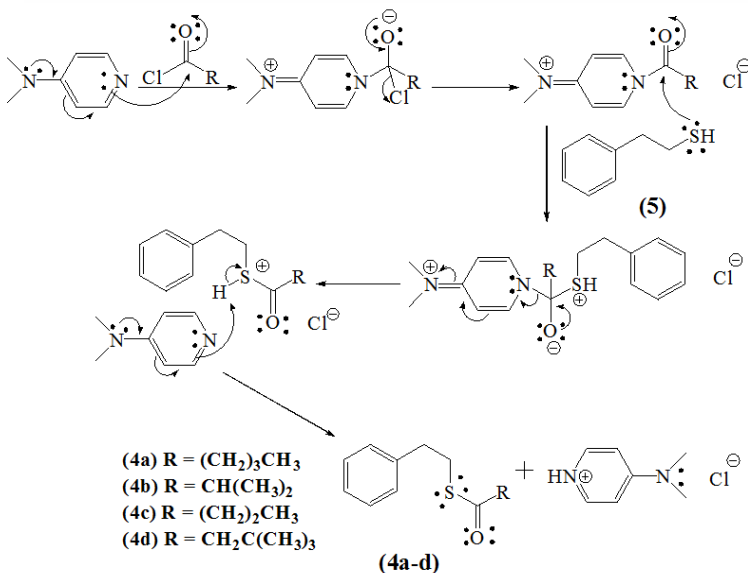
Tabel 4.2 Perbandingan data  $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil pentanoat (**10**) dan 2-feniletil pentanatioat (**4a**)

Karbon	Pergeseran kimia ( $\delta$ ) (dalam ppm)	
	2-feniletil pentanoat ( <b>10</b> )	2-feniletil pentanatioat ( <b>4a</b> )
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	13,67	13,86
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	22,19	22,21
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	26,98	27,82
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	33,96	30,30
$\text{Ph-CH}_2\text{CH}_2$	64,63	36,05
$\text{Ph-CH}_2\text{CH}_2$	35,13	44,00
ArCH	126,46	126,59
	128,44	128,58
	128,84	128,71
ArC	137,90	140,14
CO	174,54	199,63

Sebagai kesimpulan, reaksi feniletil merkaptan (**5**), pentanoil klorida (**6a**) dan 4-dimetilaminopiridina (DMAP) (**2**)



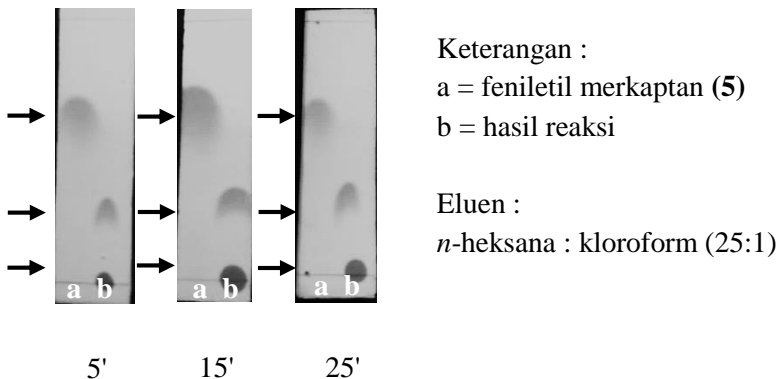
dalam diklorometana diperoleh 2-feniletil pentanatioat (**4a**) berupa cairan jernih sebanyak 0,81 gram atau dengan rendemen 92%. Mekanisme reaksi pembentukan 2-feniletil pentanatioat (**4a**) disarankan mengikuti mekanisme umum reaksi substitusi nukleofilik turunan asam karboksilat dengan tahapan seperti dapat dilihat pada Gambar 4.9. Reaksi dimulai dengan reaksi adisi pasangan elektron bebas nitrogen dari 4-dimetilaminopiridina (DMAP) (**2**) terhadap gugus karbonil pentanoil klorida (**6a**), yang selanjutnya mengalami eliminasi yang ditandai dengan terbentuknya kembali gugus karbonil, dan terlepasnya ion klorida. Hasil adisi eliminasi tersebut selanjutnya bereaksi dengan gugus tiol dari feniletil merkaptan (**5**) sebagai nukleofil dengan mekanisme adisi eliminasi yang sama, sehingga diperoleh 2-feniletil pentanatioat (**4a**).



Gambar 4.9 Mekanisme reaksi pembentukan 2-feniletil pentanatioat (**4a**), 2-feniletil isobutanatioat (**4b**), 2-feniletil butanatioat (**4c**), dan 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatioat (**4d**)

#### 4.2 Sintesis 2-feniletil isobutanatiooat (**4b**)

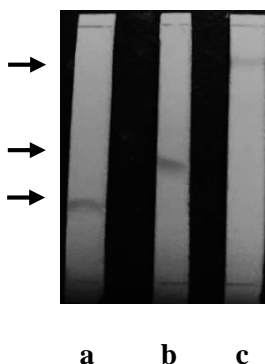
Sintesis 2-feniletil isobutanatiooat (**4b**) dilakukan dengan mengadaptasi prosedur sintesis 2-feniletil pentanatiooat (**4a**). Sintesis dilakukan dengan mereaksikan feniletil merkaptan (**5**), 4-dimetilaminopiridina (DMAP) (**2**), dan isobutiril klorida (**6b**) dalam diklorometana. Reaksi yang berlangsung diamati dengan kromatografi lapis tipis (KLT), dan memberikan hasil seperti dapat dilihat pada Gambar 4.10. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa hasil reaksi telah terbentuk setelah reaksi berlangsung selama lima menit yang ditandai dengan adanya noda dengan Rf yang berbeda dengan noda Rf feniletil merkaptan (**5**), dan noda feniletil merkaptan (**5**) sudah tidak terdapat pada noda hasil reaksi yang mengindikasikan reaksi telah berlangsung tuntas. Pengamatan reaksi pada menit ke 15 dan 25 juga menunjukkan hasil serupa yang mengindikasikan bahwa feniletil merkaptan (**5**) telah bereaksi sepenuhnya.



Gambar 4.10 Hasil pengamatan dengan KLT pada sintesis 2-feniletil isobutanatiooat (**4b**)

Hasil reaksi selanjutnya dilarutkan dalam diklorometana dan dicuci berturut-turut dengan akuades, larutan asam klorida 5%, larutan natrium hidroksida 5%, dan larutan natrium bikarbonat 5%.

Pencucian dengan akuades dilakukan untuk melarutkan garam-garam yang terbentuk sehingga terpisah dari fasa organik. Pencucian menggunakan larutan asam klorida 5% bertujuan untuk mengubah kemungkinan adanya DMAP yang belum bereaksi menjadi garam amina agar larut dalam air, sedangkan pencucian menggunakan larutan natrium hidroksida 5% dan larutan natrium bikarbonat 5% bertujuan untuk mengubah kemungkinan adanya asam-asam karboksilat yang terbentuk menjadi garam natrium karboksilat agar mudah larut dalam air. Fasa organik dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan direaksikan dengan natrium hidrida selama 60 menit. Hasil reaksi kemudian dicuci dengan akuades, dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan diuapkan dengan *rotary evaporator*. Pencucian dengan natrium hidrida bertujuan untuk mengubah kemungkinan adanya asam-asam karboksilat yang terbentuk menjadi garam natrium karboksilat agar mudah larut dalam air. Pengeringan dengan magnesium sulfat anhidrat bertujuan untuk menghilangkan air yang masih tersisa dalam fasa organik. Uji kemurnian hasil sintesis dilakukan dengan KLT menunjukkan noda tunggal seperti dapat dilihat pada Gambar 4.11 yang mengindikasikan hasil sintesis sebagai senyawa murni.



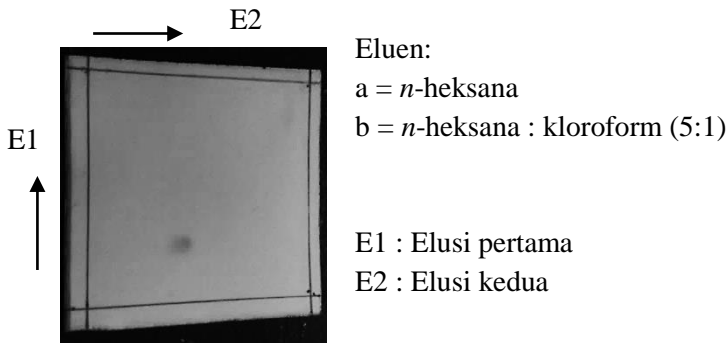
Keterangan :

Eluen :

a = *n*-heksana

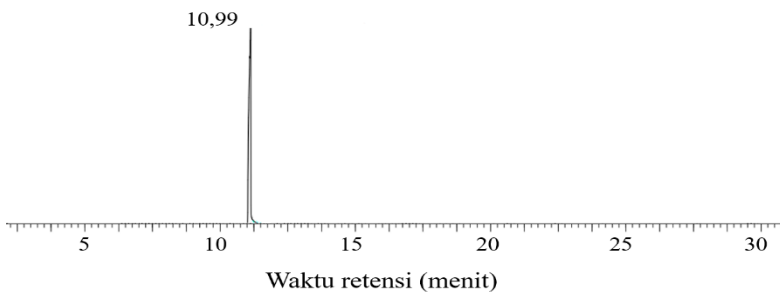
b = *n*-heksana : kloroform (5:1)

c = *n*-heksana : etil asetat (10:1)



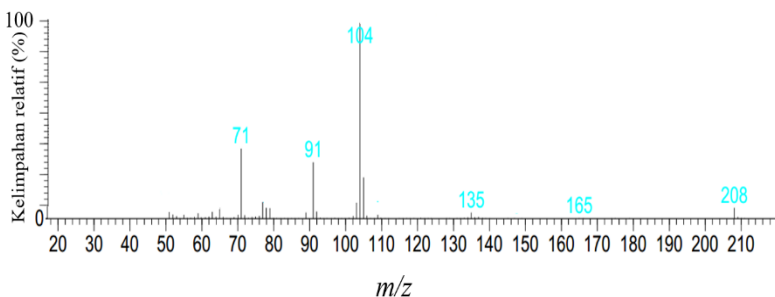
Gambar 4.11 Hasil uji kemurnian dengan KLT 2-feniletil isobutanatioat (**4b**) hasil sintesis

Identifikasi hasil sintesis menggunakan kromatografi gas-spektrometer massa memberikan kromatogram sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.12 yang menunjukkan puncak utama dengan waktu retensi 10,99 menit, dan spektrum massa sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.13. Spektrum massa hasil sintesis menunjukkan puncak ion molekul pada  $m/z$  208 yang sesuai dengan massa molekul relatif 2-feniletil isobutanatioat (**4b**).



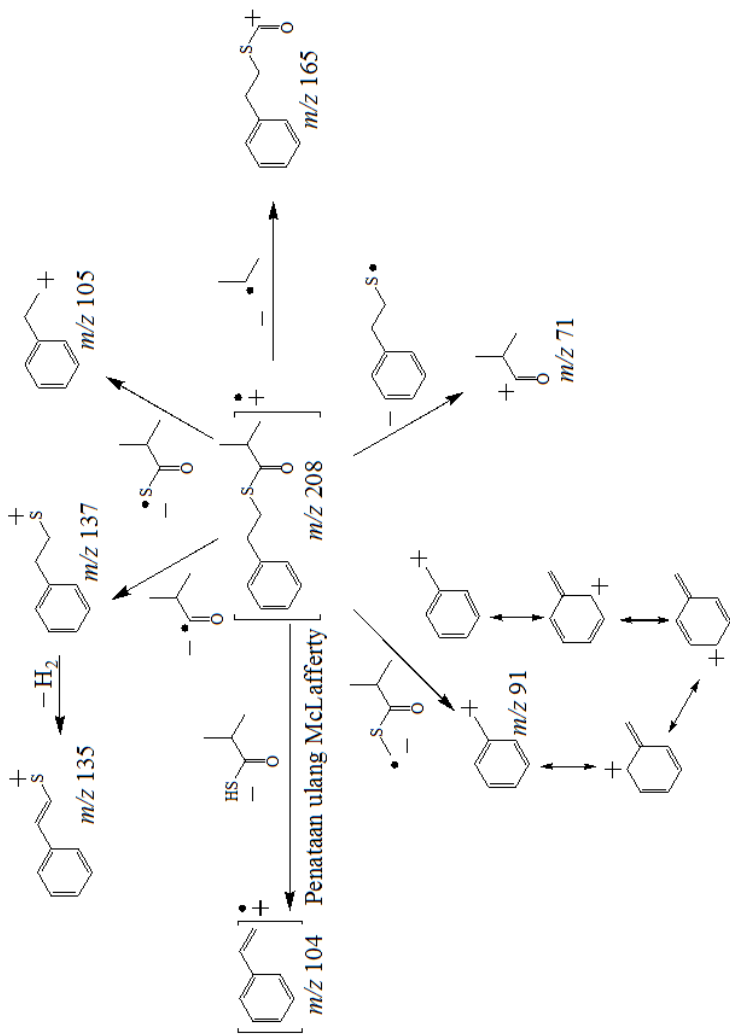
Gambar 4.12 Kromatogram 2-feniletil isobutanatioat (**4b**) hasil sintesis. Kondisi operasi: GC-MS HP 5890 SERIES II, kolom HP 5MS, program suhu oven 60-240°C (12°C/menit), isothermal pada 240°C selama 30 menit.

Penataan ulang McLafferty ion molekul diperoleh fragmen dengan puncak pada  $m/z$  104 yang merupakan puncak dasar dengan melepaskan asam isobutanatiooat. Pelepasan radikal isobutanoil dari ion molekul dihasilkan kation dengan puncak pada  $m/z$  137 yang kemudian melepaskan dua molekul gas hidrogen sehingga dihasilkan kation dengan puncak pada  $m/z$  135. Fragmentasi dari ion molekul juga menghasilkan puncak-puncak pada  $m/z$  165, 105, 91, dan 71 sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.14.



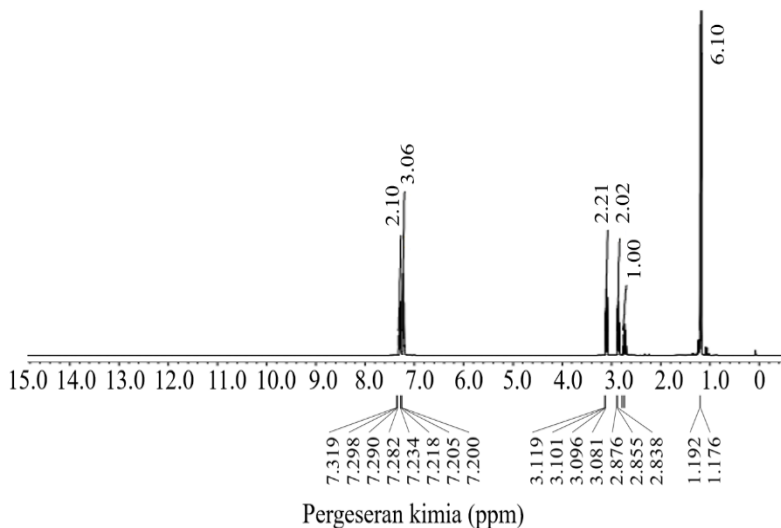
Gambar 4.13 Spektrum massa 2-feniletil isobutanatiooat (**4b**) hasil sintesis

Identifikasi hasil sintesis sebagai 2-feniletil isobutanatiooat (**4b**) diperkuat dengan identifikasi dengan spektrometer NMR. Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  hasil sintesis (dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ ) sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.15 menunjukkan lima sinyal dengan perbandingan integrasi 6:1:2:2:5. Proton-proton gugus isobutiril memberikan sinyal doublet pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 1,18 ppm (integrasi 6) yang merupakan sinyal dari enam proton dari dua gugus metil dan sinyal septet pada  $\delta$  2,73 ppm (integrasi 1) yang merupakan sinyal dari satu proton dari gugus metin. Proton-proton dua gugus metilena dari gugus 2-feniletil memberikan dua sinyal triplet pada  $\delta$  2,86 ppm (integrasi 2) dan 3,10 ppm (integrasi 2). Proton-proton aromatik memberikan sinyal multiplet pada  $\delta$  7,20-7,32 ppm (integrasi 5).

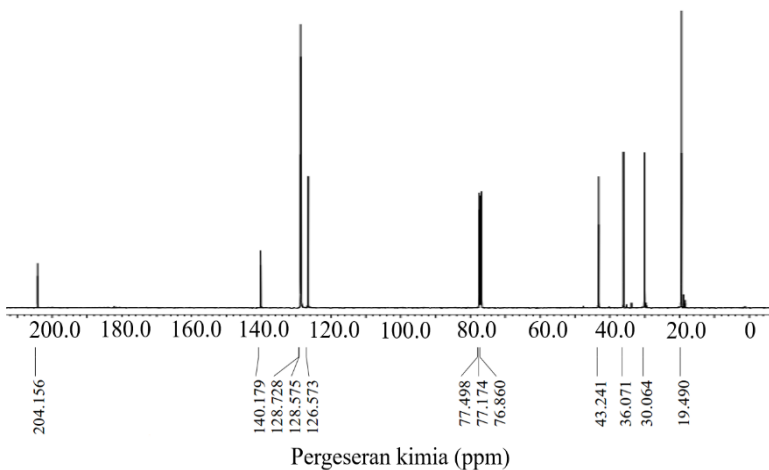


Gambar 4.14 Fragmentasi 2-feniletil isobutanat (4b) hasil sintesis

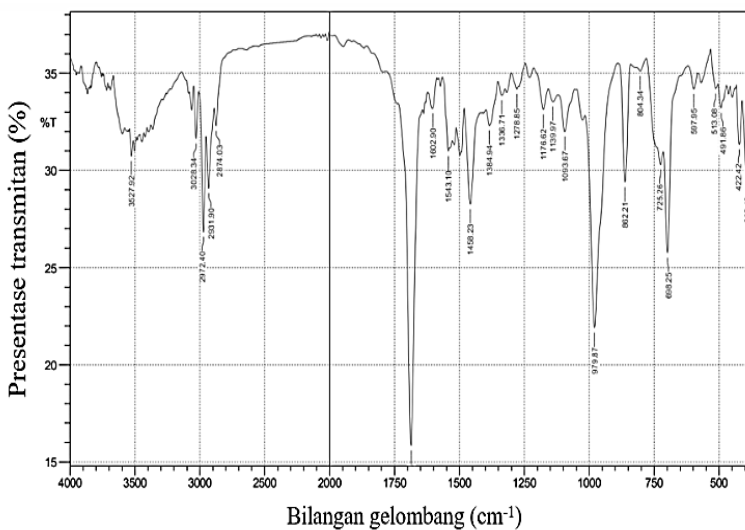
Spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR hasil sintesis menunjukkan sembilan sinyal sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.16 yang memperkuat kesimpulan hasil sintesis sebagai 2-feniletil isobutanatioat (**4b**). Karbon gugus isobutil memberikan sinyal pada  $\delta$  19,49 dan 30,06 ppm masing-masing untuk dua karbon gugus metil dan karbon metin. Dua karbon gugus metilena memberikan sinyal pada  $\delta$  36,07 ppm dan 43,24 ppm. Karbon aromatik memberikan sinyal pada  $\delta$  126,58, 128,57, 128,73, dan 140,18 ppm, sedangkan karbon gugus karbonil memberikan sinyal pada  $\delta$  204,16 ppm. Keberadaan gugus karbonil diperkuat dengan adanya serapan pada bilangan gelombang  $1688\text{ cm}^{-1}$  pada spektrum infra merah, sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.17. Perbandingan data  $^1\text{H}$ -NMR dan  $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil 2-metilpropanoat (**11**) (Maharani dan Santoso, 2015) dan 2-feniletil isobutanatioat (**4b**) dapat dilihat pada Tabel 4.3 dan Tabel 4.4.



Gambar 4.15 Spektrum  $^1\text{H}$ -NMR 2-feniletil isobutanatioat (**4b**) hasil sintesis



Gambar 4.16 Spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil isobutanatiooat (**4b**) hasil sintesis

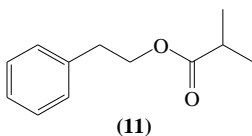


Gambar 4.17 Spektrum infra merah 2-feniletil isobutanatiooat (**4b**) hasil sintesis



Tabel 4.3 Perbandingan data  $^1\text{H}$ -NMR 2-feniletil 2-metilpropanoat (**11**) dan 2-feniletil isobutanatiooat (**4b**)

Proton	Pergeseran kimia ( $\delta$ ) (dalam ppm)	
	2-feniletil 2-metilpropanoat ( <b>11</b> )	2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> )
$\text{COCH}(\text{CH}_3)_2$	1,13 (d, $J=7,2$ Hz, 6H)	1,18 (d, $J=6,4$ Hz, 6H)
$\text{COCH}(\text{CH}_3)_2$	2,52 (sep, $J=7,5$ Hz, 1H)	2,73 (sep, $J=6,4$ Hz, 1H)
$\text{Ph}-\text{CH}_2\text{CH}_2$	2,94 (t, $J=7,1$ Hz, 2H)	2,86 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)
$\text{Ph}-\text{CH}_2\text{CH}_2$	4,29 (t, $J=7,1$ Hz, 2H)	3,10 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)
$\text{ArH}$	7,21-7,32 (m, 5H)	7,20-7,32 (m, 5H)



Tabel 4.4 Perbandingan data  $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil 2-metilpropanoat (**11**) dan 2-feniletil isobutanatiooat (**4b**)

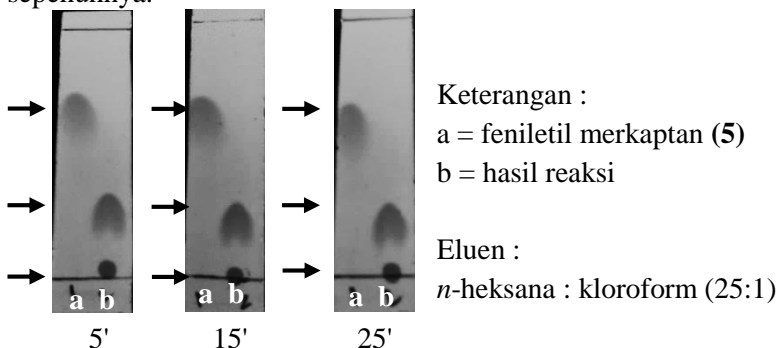
Karbon	Pergeseran kimia ( $\delta$ ) (dalam ppm)	
	2-feniletil 2-metilpropanoat ( <b>11</b> )	2-feniletil isobutanatiooat ( <b>4b</b> )
$\text{COCH}(\text{CH}_3)_2$	19,05	19,49
$\text{COCH}(\text{CH}_3)_2$	34,11	30,06
$\text{Ph}-\text{CH}_2\text{CH}_2$	64,80	36,07
$\text{Ph}-\text{CH}_2\text{CH}_2$	35,27	43,24
$\text{ArCH}$	126,60	126,57
	128,54	128,58
	129,04	128,73
$\text{ArC}$	138,05	140,18
$\text{CO}$	177,15	204,16

Sebagai kesimpulan, reaksi feniletil merkaptan (**5**), isobutiril klorida (**6b**) dan DMAP (**2**) dalam diklorometana diperoleh 2-feniletil isobutanatiooat (**4b**) berupa cairan jernih

sebanyak 0,14 gram atau dengan rendemen 88%. Mekanisme reaksi pembentukan 2-feniletil isobutanatioat (**4b**) disarankan mengikuti mekanisme umum reaksi substitusi nukleofilik turunan asam karboksilat dengan tahapan seperti dapat dilihat pada Gambar 4.9.

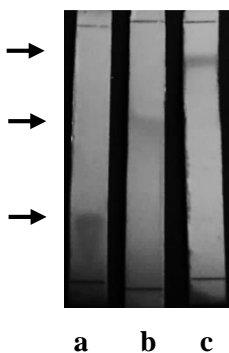
#### 4.3 Sintesis 2-feniletil butanatioat (**4c**)

Sintesis 2-feniletil butanatioat (**4c**) dilakukan dengan mengadaptasi prosedur sintesis 2-feniletil pentanatioat (**4a**). Sintesis dilakukan dengan mereaksikan feniletil merkaptan (**5**), 4-dimetilaminopiridina (DMAP) (**2**), dan butiril klorida (**6c**) dalam diklorometana. Reaksi yang berlangsung diamati dengan kromatografi lapis tipis (KLT), dan memberikan hasil seperti dapat dilihat pada Gambar 4.18. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa hasil reaksi telah terbentuk setelah reaksi berlangsung selama lima menit yang ditandai dengan adanya noda dengan Rf yang berbeda dengan noda Rf feniletil merkaptan (**5**), dan noda feniletil merkaptan (**5**) sudah tidak terdapat pada noda hasil reaksi yang mengindikasikan reaksi telah berlangsung tuntas. Pengamatan reaksi pada menit ke 15 dan 25 juga menunjukkan hasil serupa yang mengindikasikan bahwa feniletil merkaptan (**5**) telah bereaksi sepenuhnya.



Gambar 4.18 Hasil pengamatan dengan KLT pada sintesis 2-feniletil butanatioat (**4c**)

Hasil reaksi selanjutnya dilarutkan dalam diklorometana, dan dicuci berturut-turut dengan akuades, larutan asam klorida 5%, larutan natrium hidroksida 5%, dan larutan natrium bikarbonat 5%. Pencucian dengan akuades dilakukan untuk melarutkan garam-garam yang terbentuk sehingga terpisah dari fasa organik. Pencucian menggunakan larutan asam klorida 5% bertujuan untuk mengubah kemungkinan adanya DMAP yang belum bereaksi menjadi garam amina agar larut dalam air, sedangkan pencucian menggunakan larutan natrium hidroksida 5% dan larutan natrium bikarbonat 5% bertujuan untuk mengubah kemungkinan adanya asam-asam karboksilat yang terbentuk menjadi garam natrium karboksilat agar mudah larut dalam air. Fasa organik dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan direaksikan dengan natrium hidrida selama 60 menit. Hasil reaksi kemudian dicuci dengan akuades, dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan diuapkan dengan *rotary evaporator*. Pencucian dengan natrium hidrida bertujuan untuk mengubah kemungkinan adanya asam-asam karboksilat yang terbentuk menjadi garam natrium karboksilat agar mudah larut dalam air. Pengeringan dengan magnesium sulfat anhidrat bertujuan untuk menghilangkan air yang masih tersisa dalam fasa organik. Uji kemurnian hasil sintesis dilakukan dengan KLT menunjukkan noda tunggal seperti dapat dilihat pada Gambar 4.19 yang mengindikasikan hasil sintesis sebagai senyawa murni.



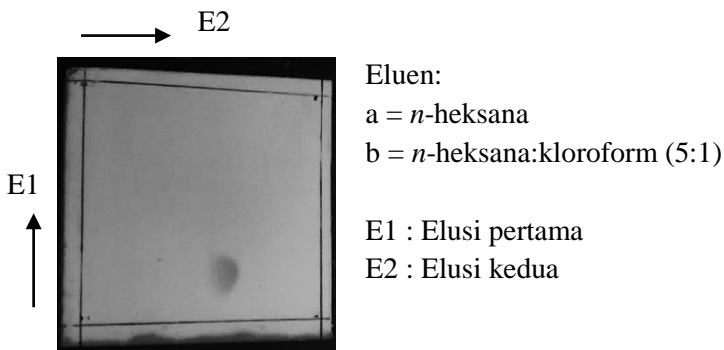
Keterangan :

Eluen :

a = *n*-heksana

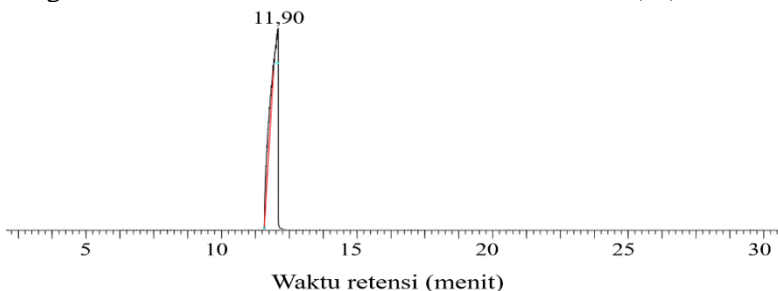
b = *n*-heksana : kloroform (5:1)

c = *n*-heksana : etil asetat (10:1)



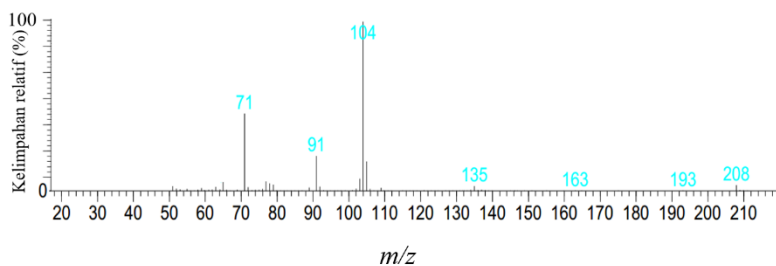
Gambar 4.19 Hasil uji kemurnian dengan KLT 2-feniletil butanatioat (**4c**) hasil sintesis

Identifikasi hasil sintesis menggunakan kromatografi gas-spektrometer massa memberikan kromatogram sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.20 yang menunjukkan puncak utama dengan waktu retensi 11,90 menit, dan spektrum massa sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.21. Spektrum massa hasil sintesis menunjukkan puncak ion molekul pada  $m/z$  208 yang sesuai dengan massa molekul relatif 2-feniletil butanatioat (**4c**).



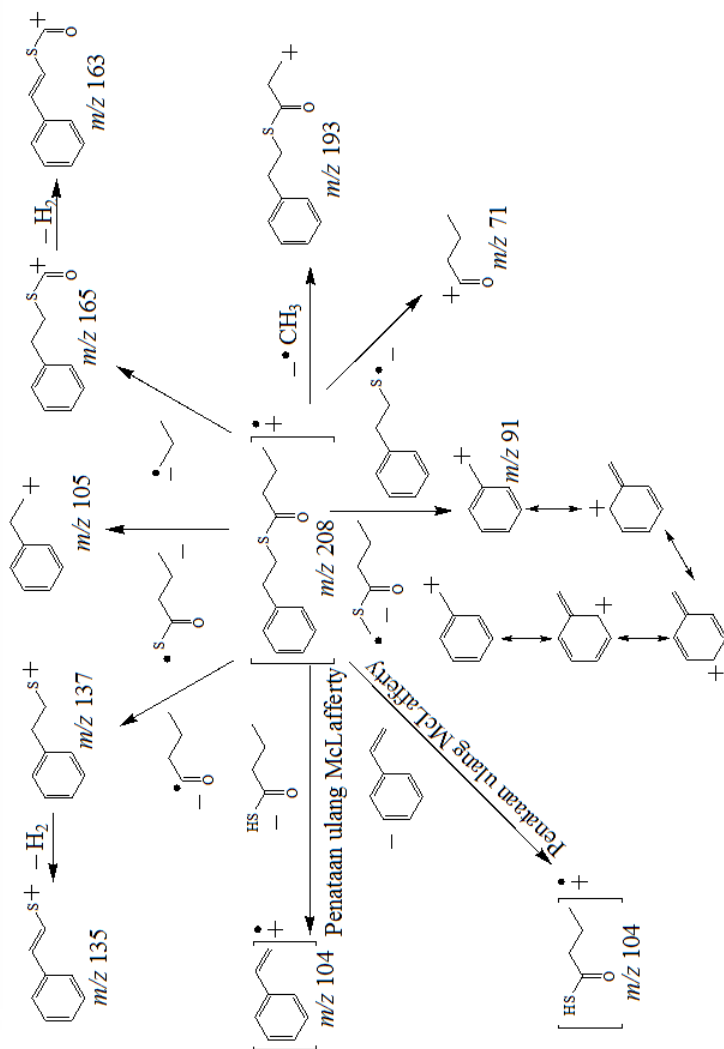
Gambar 4.20 Kromatogram 2-feniletil butanatioat (**4c**) hasil sintesis. Kondisi operasi: GC-MS HP 5890 SERIES II, kolom HP 5MS, program suhu oven 60-240°C (12°C/menit), isothermal pada 240°C selama 30 menit

Penataan ulang McLafferty ion molekul diperoleh radikal kation dengan puncak pada  $m/z$  104 yang merupakan puncak dasar dengan melepaskan asam butanatioat atau vinilbenzena. Pelepasan radikal metil dan propil dari ion molekul masing-masing dihasilkan kation dengan puncak pada  $m/z$  193 dan  $m/z$  165 yang kemudian melepaskan dua molekul gas hidrogen sehingga dihasilkan kation dengan puncak pada  $m/z$  163. Fragmentasi dari ion molekul juga menghasilkan puncak-puncak pada  $m/z$  137, 135, 105, 91, dan 71 sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.22.

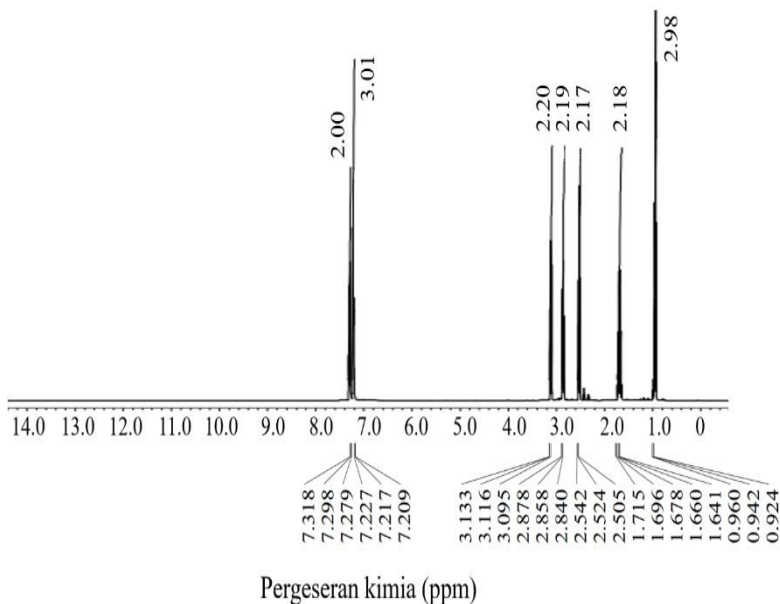


Gambar 4.21 Spektrum massa 2-feniletil butanatioat (**4c**) hasil sintesis

Identifikasi hasil sintesis sebagai 2-feniletil butanatioat (**4c**) diperkuat dengan identifikasi dengan spektrometer NMR. Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  hasil sintesis (dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ ) sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.23 menunjukkan enam sinyal dengan perbandingan integrasi 3:2:2:2:5. Proton-proton gugus butiril memberikan dua sinyal triplet pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 0,94 ppm (integrasi 3) dan 2,52 ppm (integrasi 2) masing-masing merupakan sinyal dari tiga proton dari gugus metil dan dua proton dari gugus metilena, sinyal sekte pada  $\delta$  1,69 ppm (integrasi 2) merupakan sinyal dari dua proton gugus metilena. Proton-proton dua gugus metilena dari gugus 2-feniletil memberikan dua sinyal triplet pada  $\delta$  2,86 ppm (integrasi 2), dan 3,12 ppm (integrasi 2). Proton-proton aromatik memberikan sinyal multiplet pada  $\delta$  7,21-7,32 ppm (integrasi 5).

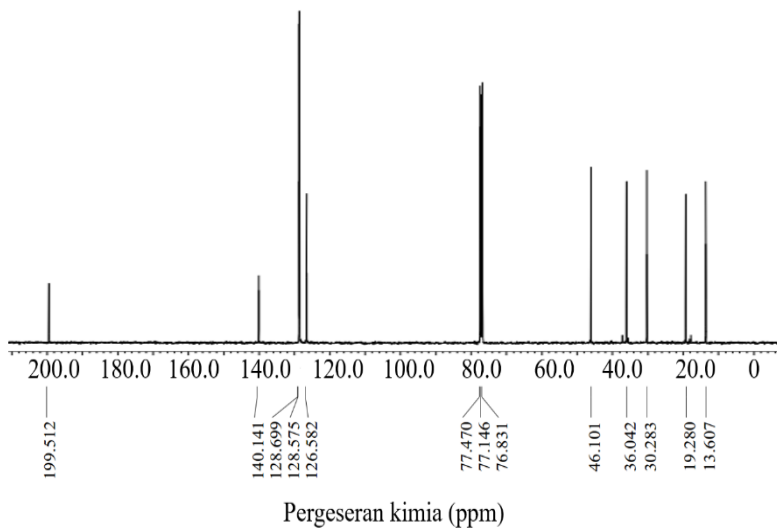


Gambar 4.22 Fragmentasi 2-feniletil butanatioat (**4c**) hasil sintesis

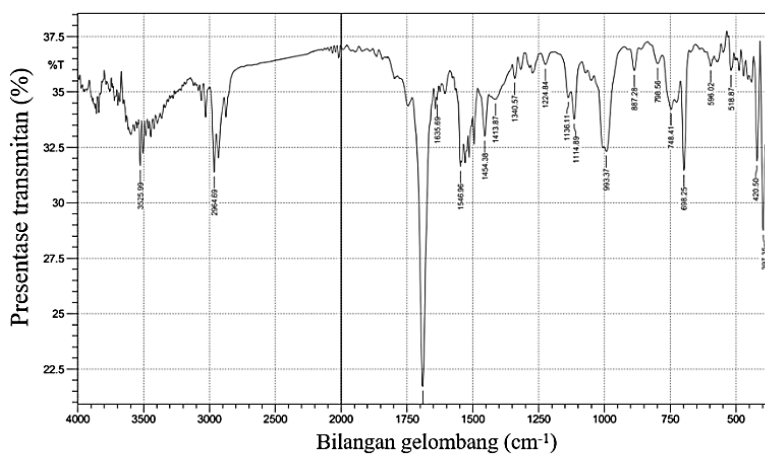


Gambar 4.23 Spektrum <sup>1</sup>H-NMR 2-feniletil butanatiooat (**4c**) hasil sintesis

Spektrum <sup>13</sup>C-NMR hasil sintesis menunjukkan sepuluh sinyal sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.24 yang memperkuat kesimpulan hasil sintesis sebagai 2-feniletil butanatiooat (**4c**). Karbon gugus metil dan empat karbon gugus metilena memberikan sinyal pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 13,60, 19,28, 30,28, 36,04, dan 46,10 ppm. Karbon aromatik memberikan sinyal pada  $\delta$  126,58, 128,58, 128,70, dan 140,14 ppm, sedangkan karbon gugus karbonil memberikan sinyal pada  $\delta$  199,51 ppm. Keberadaan gugus karbonil diperkuat dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 1690 cm<sup>-1</sup> pada spektrum infra, sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.25. Perbandingan data <sup>1</sup>H-NMR dan <sup>13</sup>C-NMR 2-feniletil butanoat (**12**) (Maharani dan Santoso, 2015) dan 2-feniletil butanatiooat (**4c**) dapat dilihat pada Tabel 4.5 dan Tabel 4.6.



Gambar 4.24 Spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil butanatiooat (**4c**) hasil sintesis

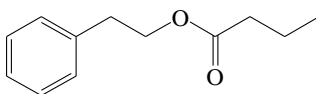


Gambar 4.25 Spektrum infra merah 2-feniletil butanatiooat (**4c**) hasil sintesis



Tabel 4.5 Perbandingan data  $^1\text{H}$ -NMR 2-feniletil butanoat (**12**) dan 2-feniletil butanatioat (**4c**)

Proton	Pergeseran kimia ( $\delta$ ) (dalam ppm)	
	2-feniletil butanoat ( <b>12</b> )	2-feniletil butanatioat ( <b>4c</b> )
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	0,92 (t, $J=7,5$ Hz, 3H)	0,94 (t, $J=7,2$ Hz, 3H)
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	1,59-1,61 (m, 2H)	1,69 (sek, $J=7,2$ Hz, 2H)
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	2,27 (t, $J=7,5$ Hz, 2H)	2,52 (t, $J=7,2$ Hz, 2H)
$\text{Ph-CH}_2\text{CH}_2$	2,94 (t, $J=7,1$ Hz, 2H)	2,86 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)
$\text{Ph-CH}_2\text{CH}_2$	4,29 (t, $J=7,1$ Hz, 2H)	3,12 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)
$\text{ArH}$	7,21-7,32 (m, 5H)	7,21-7,23 (m, 5H)



(**12**)

Tabel 4.6 Perbandingan data  $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil butanoat (**12**) dan 2-feniletil butanatioat (**4c**)

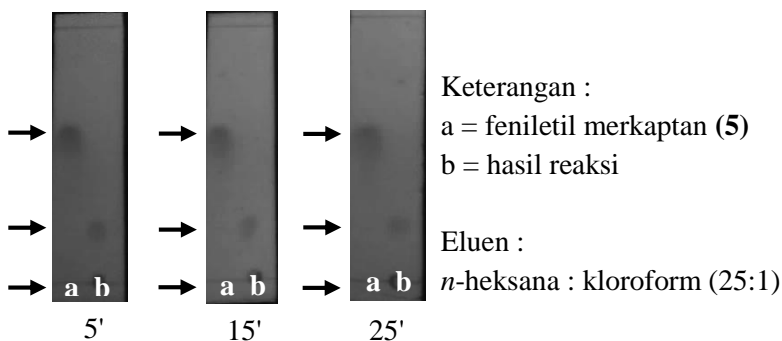
Karbon	Pergeseran kimia ( $\delta$ ) (dalam ppm)	
	2-feniletil butanoat ( <b>12</b> )	2-feniletil butanatioat ( <b>4c</b> )
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	13,79	13,60
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	18,56	19,28
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	36,36	30,28
$\text{Ph-CH}_2\text{CH}_2$	64,83	36,04
$\text{Ph-CH}_2\text{CH}_2$	35,32	46,10
$\text{ArCH}$	126,66	126,58
	128,01	128,58
	129,03	128,70
$\text{ArC}$	138,04	140,14
$\text{CO}$	173,77	199,51

Sebagai kesimpulan, reaksi feniletil merkaptan (**5**), butiril klorida (**6c**) dan DMAP (**2**) dalam diklorometana diperoleh 2-

feniletil butanatiooat (**4c**) berupa cairan jernih sebanyak 0,76 gram atau dengan rendemen 92%. Mekanisme reaksi pembentukan 2-feniletil butanatiooat (**4c**) disarankan mengikuti mekanisme umum reaksi substitusi nukleofilik turunan asam karboksilat dengan tahapan seperti dapat dilihat pada Gambar 4.9.

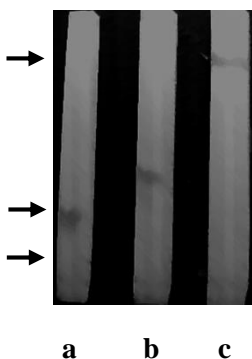
#### 4.4 Sintesis 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat (**4d**)

Sintesis 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat (**4d**) dilakukan dengan mengadaptasi prosedur sintesis 2-feniletil pentanatiooat (**4a**). Sintesis dilakukan dengan mereaksikan feniletil merkaptan (**5**), 3,3-dimetilbutiril klorida (**6d**) dan 4-dimetilaminopiridina (DMAP) (**2**) dalam diklorometana. Reaksi yang berlangsung diamati dengan kromatografi lapis tipis (KLT), dan memberikan hasil seperti dapat dilihat pada Gambar 4.26. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa hasil reaksi telah terbentuk setelah reaksi berlangsung selama lima menit yang ditandai dengan adanya noda dengan Rf yang berbeda dengan noda Rf feniletil merkaptan (**5**), dan noda feniletil merkaptan (**5**) sudah tidak terdapat pada noda hasil reaksi yang mengindikasikan reaksi telah berlangsung tuntas. Pengamatan reaksi pada menit ke 15 dan menit ke 25 juga menunjukkan hasil serupa yang mengindikasikan bahwa feniletil merkaptan (**5**) telah bereaksi sepenuhnya.



Gambar 4.26 Hasil pengamatan dengan KLT pada sintesis 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat (**4d**)

Hasil reaksi selanjutnya dilarutkan dalam diklorometana dan dicuci berturut-turut dengan akuades, larutan asam klorida 5%, larutan natrium hidroksida 5%, dan larutan natrium bikarbonat 5%. Pencucian dengan akuades dilakukan untuk melarutkan garam-garam yang terbentuk sehingga terpisah dari fasa organik. Pencucian menggunakan larutan asam klorida 5% bertujuan untuk mengubah kemungkinan adanya DMAP yang belum bereaksi menjadi garam amina agar larut dalam air, sedangkan pencucian menggunakan larutan natrium hidroksida 5% dan larutan natrium bikarbonat 5% bertujuan untuk mengubah kemungkinan adanya asam-asam karboksilat yang terbentuk menjadi garam natrium karboksilat agar mudah larut dalam air. Fasa organik dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan direaksikan dengan natrium hidrida selama 60 menit. Hasil reaksi kemudian dicuci dengan akuades, dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan diuapkan dengan *rotary evaporator*. Pencucian dengan natrium hidrida bertujuan untuk mengubah kemungkinan adanya asam-asam karboksilat yang terbentuk menjadi garam natrium karboksilat agar mudah larut dalam air. Pengeringan dengan magnesium sulfat anhidrat bertujuan untuk menghilangkan air yang masih tersisa dalam fasa organik. Uji kemurnian hasil sintesis dilakukan dengan KLT menunjukkan noda tunggal seperti dapat dilihat pada Gambar 4.27 yang mengindikasikan hasil sintesis sebagai senyawa murni.



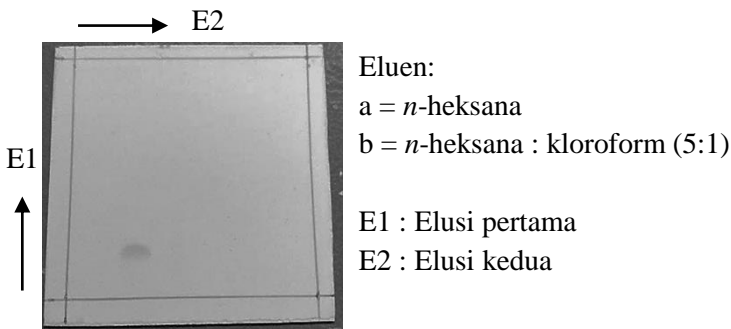
Keterangan :

Eluen :

a = *n*-heksana

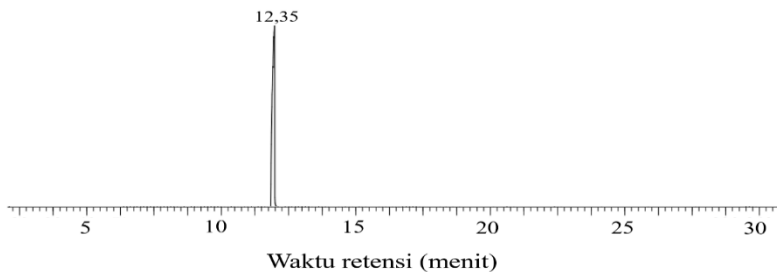
b = *n*-heksana : kloroform (5:1)

c = *n*-heksana : etil asetat (10:1)



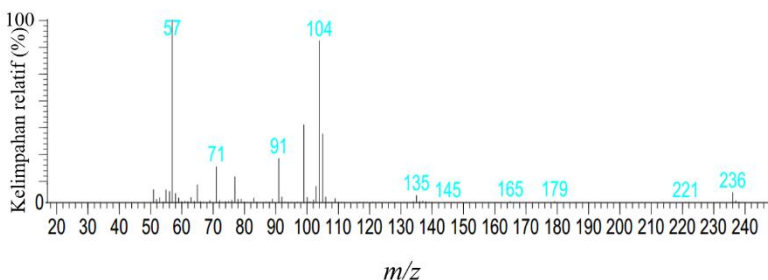
Gambar 4.27 Hasil uji kemurnian dengan KLT 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatioat (**4d**) hasil sintesis

Identifikasi hasil sintesis menggunakan kromatografi gas-spektrometer massa memberikan kromatogram sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.28 yang menunjukkan puncak utama dengan waktu retensi 12,35 menit, dan spektrum massa sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.29. Spektrum massa hasil sintesis menunjukkan puncak ion molekul pada  $m/z$  236 yang sesuai dengan massa molekul relatif 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatioat (**4d**).



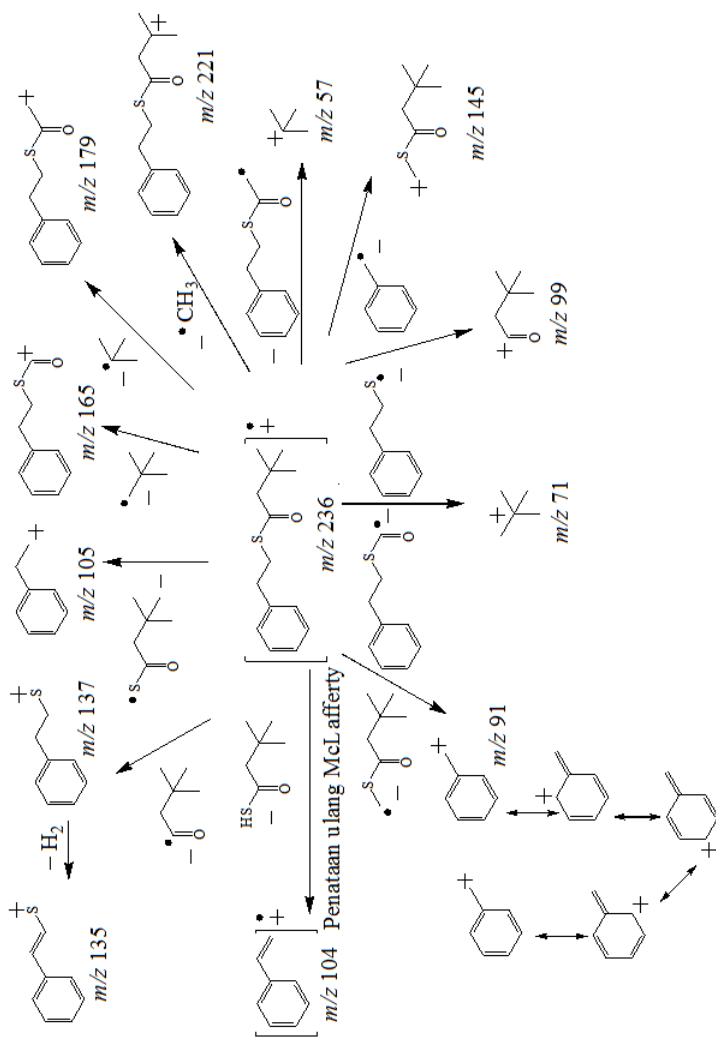
Gambar 4.28 Kromatogram 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatioat (**4d**) hasil sintesis. Kondisi operasi: GC-MS HP 5890 SERIES II, kolom HP 5MS, program suhu oven 60-40°C (12°C/menit), isothermal pada 240°C selama 30 menit.

Penataan ulang McLafferty ion molekul diperoleh fragmen dengan puncak pada  $m/z$  104 dengan melepaskan asam 3,3-dimetilbutanatioat. Pelepasan radikal metil dari ion molekul dihasilkan kation dengan puncak pada  $m/z$  221, pelepasan radikal *ter*-butil dari ion molekul dihasilkan kation dengan puncak pada  $m/z$  179. Pelepasan radikal 2-feniletal etanatioat dari ion molekul dihasilkan kation dengan puncak pada  $m/z$  57 yang merupakan puncak dasar. Fragmentasi dari ion molekul juga menghasilkan puncak-puncak pada  $m/z$  165, 145, 137, 135, 105, 99, 91, dan 71 sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.30.

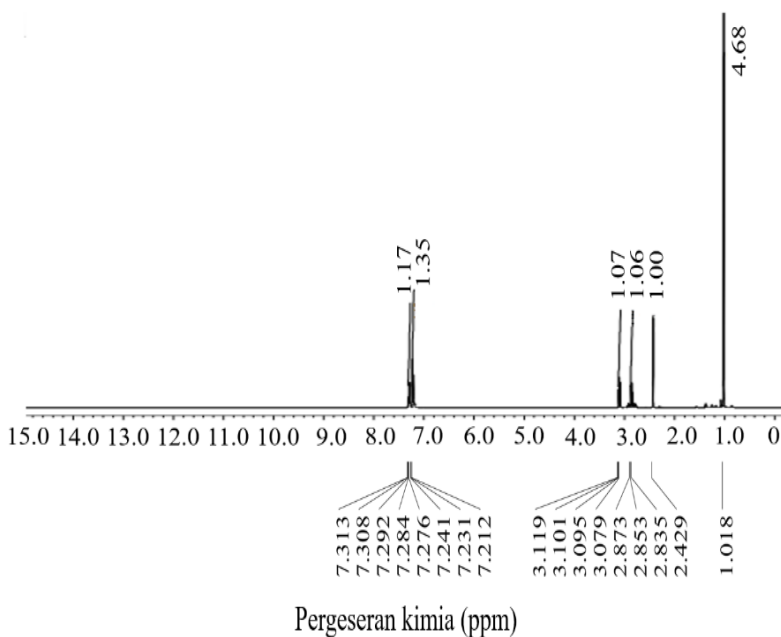


Gambar 4.29 Spektrum massa 2-feniletal 3,3-dimetilbutanatioat (**4d**) hasil sintesis

Identifikasi hasil sintesis sebagai 2-feniletal 3,3-dimetilbutanatioat (**4a**) diperkuat dengan identifikasi dengan spektrometer NMR. Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  hasil sintesis (dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$ ) sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.31 menunjukkan lima sinyal dengan perbandingan integrasi 9:2:2:2:5. Proton-proton gugus butiril memberikan sinyal singlet pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 1,02 ppm (integrasi 9) dan 2,43 ppm (integrasi 2) masing-masing merupakan sinyal dari sembilan proton dari tiga gugus metil dan 2 proton gugus metilena. Proton-proton dua gugus metilena dari gugus 2-feniletal memberikan dua sinyal triplet pada  $\delta$  2,85 ppm (integrasi 2) dan 3,10 ppm (integrasi 2). Proton-proton aromatik memberikan sinyal multiplet pada  $\delta$  7,21-7,31 ppm (integrasi 5).

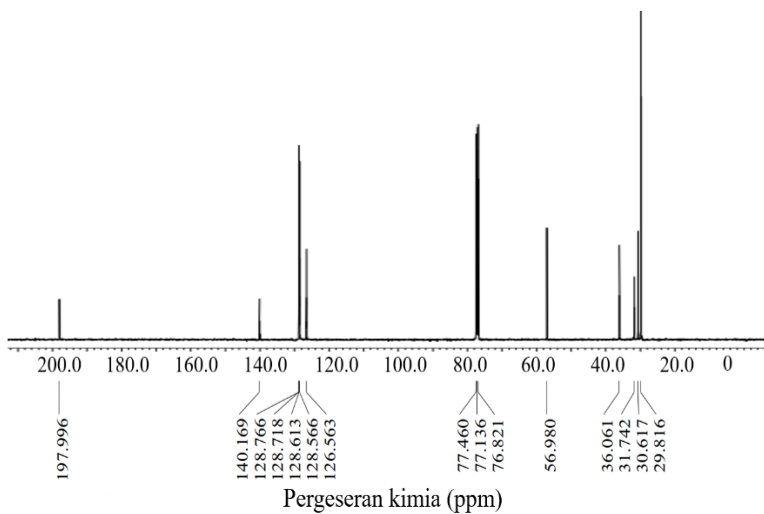


Gambar 4.30 Fragmentasi 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatioat (**4d**) hasil sintesis

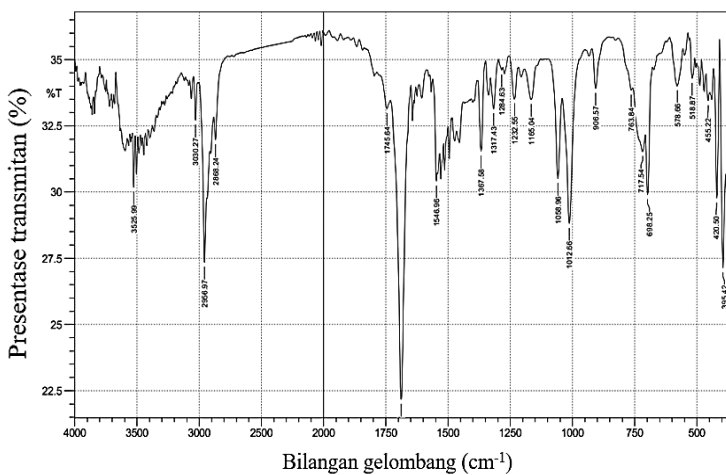


Gambar 4.31 Spektrum  $^1\text{H}$ -NMR 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat (**4d**) hasil sintesis

Spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR hasil sintesis menunjukkan sepuluh sinyal sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.32 yang memperkuat kesimpulan hasil sintesis sebagai 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat (**4d**). Karbon gugus *ter*-butil memberikan sinyal pada  $\delta$  29,82 dan 30,62 ppm masing-masing untuk tiga karbon gugus metil dan karbon metin. Tiga karbon gugus metilena memberikan sinyal pada  $\delta$  31,74, 36,06, dan 56,98 ppm. Karbon aromatik memberikan sinyal pada  $\delta$  126,56, 128,57, 128,72, dan 140,17 ppm, sedangkan karbon gugus karbonil memberikan sinyal pada  $\delta$  197,99 ppm. Keberadaan gugus karbonil diperkuat dengan adanya serapan pada bilangan gelombang  $1688\text{ cm}^{-1}$  pada spektrum infra merah, sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 4.33.



Gambar 4.32 Spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat (**4d**) hasil sintesis



Gambar 4.33 Spektrum infra merah 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat (**4d**) hasil sintesis



Sebagai kesimpulan, reaksi feniletil merkaptan (**5**), 3,3-dimetilbutiril klorida (**6d**), dan DMAP (**2**) dalam diklorometana diperoleh 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatioat (**4d**) berupa cairan jernih sebanyak 0,79 gram atau dengan rendemen 84%. Mekanisme reaksi pembentukan 2-feniletil 3,3-dimetilbutanatioat (**4d**) disarankan mengikuti mekanisme umum reaksi substitusi nukleofilik turunan asam karboksilat dengan tahapan seperti dapat dilihat pada Gambar 4.9.

Perbandingan data  $^1\text{H-NMR}$  dan  $^{13}\text{C-NMR}$  hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 4.7 dan 4.8.

Tabel 4.7 Perbandingan data  $^1\text{H-NMR}$  senyawa hasil sintesis (**4a-d**)

Proton	Pergeseran kimia ( $\delta$ ) (dalam ppm)			
	(4a)	(4b)	(4c)	(4d)
$\text{COCH}_2\text{C}(\underline{\text{CH}}_3)_3$				1,02 (s, 9H)
$\text{COCH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_3$				2,43 (s, 2H)
$\text{COCH}(\underline{\text{CH}}_3)_2$		1,18 (d, $J=6,4$ Hz, 6H)		
$\text{COCH}(\text{CH}_3)_2$		2,73 (sep, $J=6,4$ Hz, 1H)		
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\underline{\text{CH}}_3$			0,94 (t, $J=7,2$ Hz, 3H)	
$\text{COCH}_2\underline{\text{CH}}_2\text{CH}_3$			1,69 (sek, $J=7,2$ Hz, 2H)	
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$			2,52 (t, $J=7,2$ Hz, 2H)	
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\underline{\text{CH}}_3$	0,91 (t, $J=7,6$ Hz, 3H)			

Lanjutan Tabel 4.7 Perbandingan data  $^1\text{H}$ -NMR senyawa hasil sintesis (**4a-d**)

Proton	Pergeseran kimia ( $\delta$ ) (dalam ppm)			
	(4a)	(4b)	(4c)	(4d)
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	1,34 (sek, $J=7,6$ Hz, 2H)			
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	1,64 (kuin, $J=7,6$ Hz, 2H)			
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	2,55 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)			
$\text{PhCH}_2\text{CH}_2\text{S}$	3,12 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)	3,10 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)	3,12 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)	3,10 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)
$\text{PhCH}_2\text{CH}_2\text{S}$	2,86 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)	2,86 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)	2,86 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)	2,85 (t, $J=7,6$ Hz, 2H)
$\text{ArH}$	7,19-7,32 (m, 5H)	7,20-7,32 (m, 5H)	7,21-7,32 (m, 5H)	7,21-7,32 (m, 5H)

Tabel 4.8 Perbandingan data  $^{13}\text{C}$ -NMR senyawa hasil sintesis (**4a-d**)

Karbon	Pergeseran kimia ( $\delta$ ) (dalam ppm)			
	(4a)	(4b)	(4c)	(4d)
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	13,86			
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	22,21			
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	27,82			
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	30,30			
$\text{COCH}(\text{CH}_3)_2$		19,49		
$\text{COCH}(\text{CH}_3)_2$		30,06		
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$			13,60	
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$			19,28	
$\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$			30,28	
$\text{COCH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_3$				29,82
$\text{COCH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_3$				30,62
$\text{COCH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_3$				31,74

Lanjutan Tabel 4.8 Perbandingan data  $^{13}\text{H-NMR}$  senyawa hasil sintesis (**4a-d**)

Karbon	Pergeseran kimia ( $\delta$ ) (dalam ppm)			
	(4a)	(4b)	(4c)	(4d)
$\text{Ph}\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{CH}_2\text{S}$	36,05	36,07	36,04	36,06
$\text{PhCH}_2\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{S}$	44,00	43,24	46,10	56,98
$\text{Ar}\underline{\text{C}}\text{H}$	126,59	126,57	126,58	126,56
	128,58	128,58	128,58	128,57
	128,71	128,73	128,70	128,72
$\text{Ar}\underline{\text{C}}$	140,14	140,18	140,14	140,17
$\underline{\text{C}}\text{O}$	199,63	204,16	199,51	197,99
$\text{Ph}\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{CH}_2\text{S}$	36,05	36,07	36,04	36,06

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Empat 2-feniletil alkanatiooat (**4a-d**) telah berhasil disintesis dari reaksi feniletil merkaptan (**5**), asil klorida (**6**), dan DMAP (**2**) dalam diklorometana pada suhu ruang. Hasil sintesis tersebut adalah 2-feniletil pentanatiooat (**4a**), 2 feniletil isobutanatiooat (**4b**), 2-feniletil butanatiooat (**4c**), dan 2 feniletil 3,3-dimetilbutanatiooat (**4d**) yang masing-masing diperoleh dengan rendemen sebesar 92, 88, 92, dan 84%.

#### **5.2 Saran**

Sebaiknya dilakukan uji deskripsi aroma dari empat 2-feniletil alkanatiooat (**4a-d**) oleh panelis terlatih.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## DAFTAR PUSTAKA

- Arctander, S. (1969). *Perfume and Flavor Chemicals (Aroma Chemicals)*. 2<sup>th</sup> ed. Montclair, New Jersey: Arctander, p: 2512.
- Belitz, H., Grosch, W., Schieberle, P. (2009). *Food Chemistry*, 4th Revised and Extended edn. Heidelberg: Springer.
- Brady, J.E. (1994). *Kimia untuk Universitas*. Jakarta: Erlangga.
- Breitmaier, E. (2003). *Structure Elucidation by NMR In Organic Chemistry: A Practical Guide*, 2<sup>rd</sup> Edition. Wiley-Blackwell.
- Bruice, P.Y. (2004). *Organic Chemistry*, 4<sup>th</sup> Edition. New Jersey: Prentice Hall.
- Carey, F.A. (2000). *Organic Chemistry*, Edisi Keempat. New York: Mc Graw-Hil Companies, Inc.
- Fessenden, R.J., Fessenden, J.S. (1999). *Kimia Organik Jilid 2 Terjemahan oleh Aloysius Hadyana Pudjaatmaka*, Edisi Kedua. Jakarta: Erlangga.
- Gritter, R. (1991). *Pengantar Kromatografi*. Bandung: Penerbit ITB.
- Hart, H., Craine, L.E., Hart, D.J. (2003). *Kimia Organik, Suatu Kuliah Singkat*. Terjemahan Suminar Achmadi. Jakarta: Erlangga.
- Hoffman, R.V. (2004). *Organic Chemistry*, 2<sup>nd</sup> Edition. New Jersey: John Wiley & Sons Inc.

- Khopkar, S.M. (2008). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Liu, S.Q., Crow, V. (2010). *Production of Dairy-based, Natural Sulphur Flavor Concentrate by Yeast Fermentation*. Food Biotechnology, 24(1), 62-77.
- Li, C., Sun, J., Li, T., Liu, S. Q., Huang, D. (2014). *Chemical and enzymatic synthesis of a library of 2-phenethyl esters and their sensory attributes*. Food Chemistry, 154, 206-210.
- Maharani, N., Santoso, M. (2015). *Synthesis of 2-Phenylethyl Esters By One-Pot The Yamaguchi Esterification*. Advances in Environmental Biology, 9(23), 214-218.
- Maryadele, J.O.N. (2006). *The Merck Index, An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biologicals*. 14<sup>th</sup> Ed. New York. Merck & Co, Inc.
- Nijssen, L.M., Visscher, I.C.A., Donders, J.J.H. (2011). VCF (*Volatile Compounds in Food*): database. (Eds.), Zeist (The Netherlands): TNO Quality of Life, 11.1.1, 1963-2009.
- Pavia, L.D., Lampman, G.M., Kriz, G.S. (1995). *Introduction in Organic Laboratory Techniques Contemporary Approach*. New York: Saunders College Publishing.
- Pine, S.H., Hendrickson, J.B., Cram, D.J., Hammond, G.S. (1980). *Organic Chemistry*, 4<sup>th</sup> Edition. New York: McGraw-Hill.
- Poole, C., Salwa, K. (1991). *Chromatography Today*. Amsterdam: Elsevier Science Publisher.



Santoso, M., Holil, M., Alfarisi, S. (2009). *Pembuatan 4-Formil-2-metoksifenil isobutirat dari Daun Cengkeh*. Bogor: Seminar Nasional Sains II.

Silverstein, R.M., Webster, F.X., Kiemle, D.J. (2005). *Spectrometer Identification of Organic Compounds 7<sup>th</sup> Edition*. New York: John Wiley & Sons, Inc.

Stuart, B. (2004). *Infrared Spectroscopy: Fundamental and Applications*. Jhon Wiley: Amerika.

Whindolz, M., Budavari, S., Fertig, M.N., Stroumtos, L.Y. (1976). *The Merck index*. New York: Merck and Co. Inc.

Wiratno. (2009). *Cengkeh Berpotensi Sebagai Pestisida Nabati*. Jurnal Pertanian, 31, 5-7.

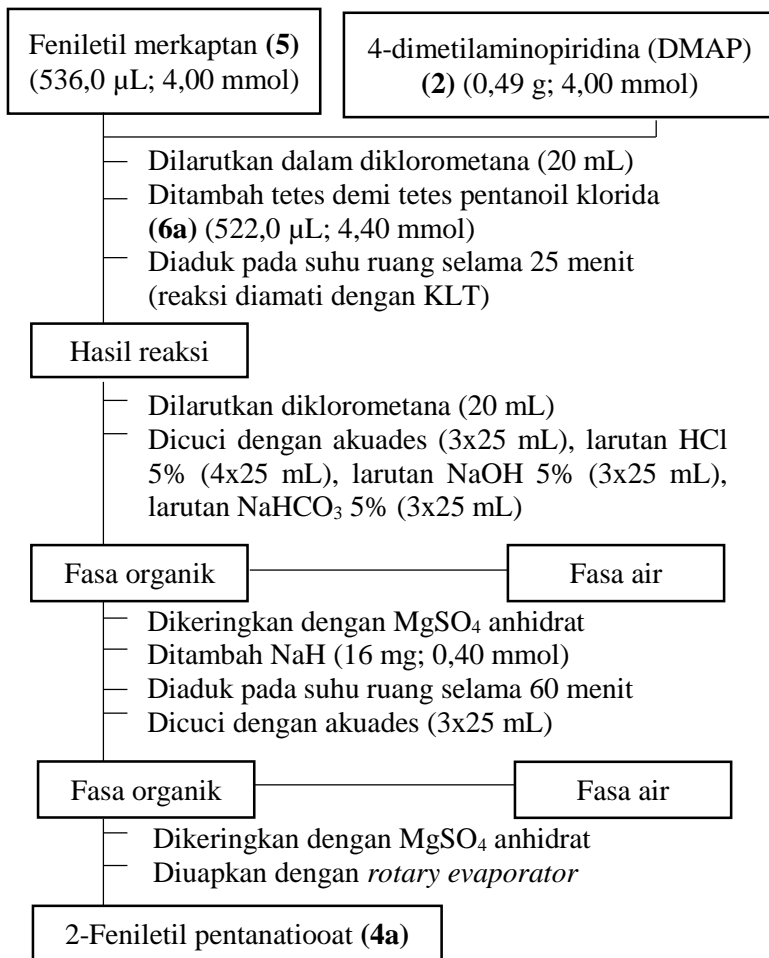
<http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/w389404?lang=en&region=ID> (diakses pada 8 Januari 2017 pukul 21.10).

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## LAMPIRAN A

### SKEMA KERJA

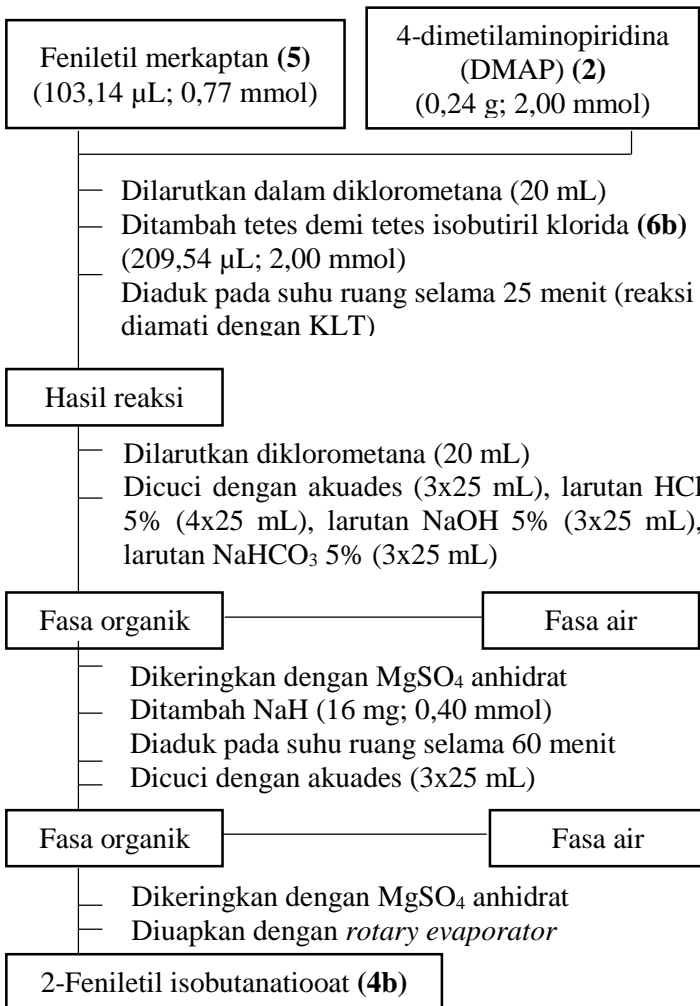
#### A.1. Sintesis 2-feniletil pentanatiooat (**4a**)



\* Uji kemurnian dengan KLT

Identifikasi dengan Spektrometer NMR, GC-MS, dan FT-IR

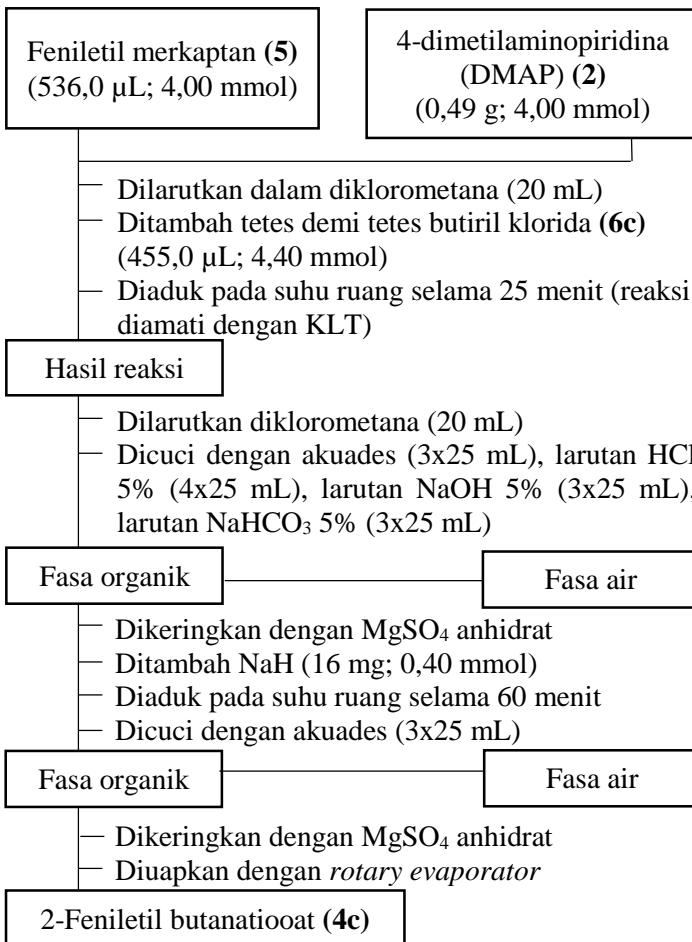
## A.2. Sintesis 2-feniletil isobutanatioat (**4b**)



\* Uji kemurnian dengan KLT

Identifikasi dengan Spektrometer NMR, GC-MS, dan FT-IR

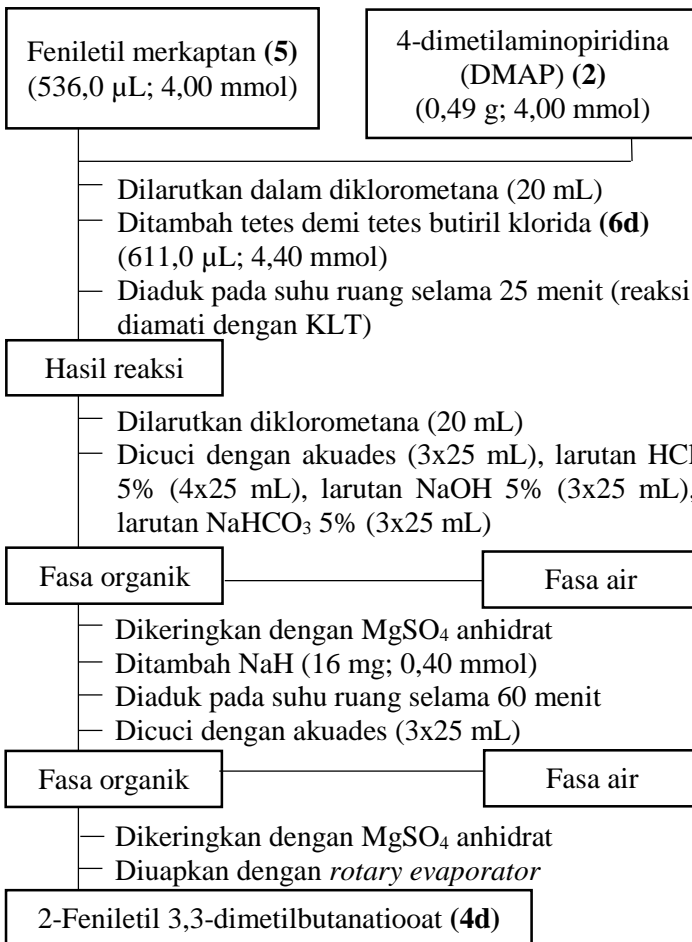
### A.3. Sintesis 2-feniletil butanatioat (4c)



\* Uji kemurnian dengan KLT

Identifikasi dengan Spektrometer NMR, GC-MS, dan FT-IR

#### A.4. Sintesis 2-feniletil butanatioat (**4c**)



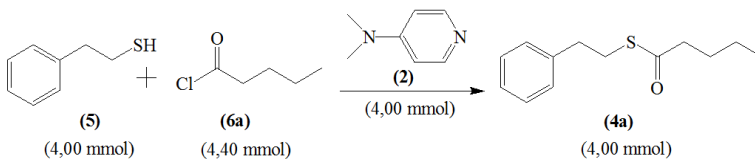
\* Uji kemurnian dengan KLT

Identifikasi dengan Spektrometer NMR, GC-MS, dan FT-IR

## LAMPIRAN B

### PERHITUNGAN

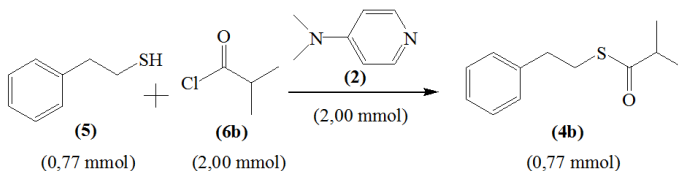
#### B.1. Perhitungan rendemen sintesis 2-feniletil pentanoat (4a)



- Mol Ester (4a) yang terbentuk secara teoritis = 4,00 mmol
- Mr Ester (4a) = 222,34 g/mol
- Massa Ester (4a) yang terbentuk secara teoritis = 4,00 mmol x 222,34 g/mol = 0,88 g
- Massa Ester (4a) hasil eksperimen = 0,81 g
- Rendemen Ester (4a)

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{Massa hasil eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100\% \\ &= \frac{0,81 \text{ g}}{0,88 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 92\% \end{aligned}$$

## B.2. Perhitungan rendemen sintesis 2-feniletil isobutanatioat (4b)



- Mol Ester (4b) yang terbentuk secara teoritis = 0,77 mmol
- Mr Ester (4b) = 208,31 g/mol
- Massa Ester (4b) yang terbentuk secara teoritis  
= 0,77 mmol x 208,31 g/mol = 0,16 g
- Massa Ester (4b) hasil eksperimen = 0,14 g
- Rendemen Ester (4b)  

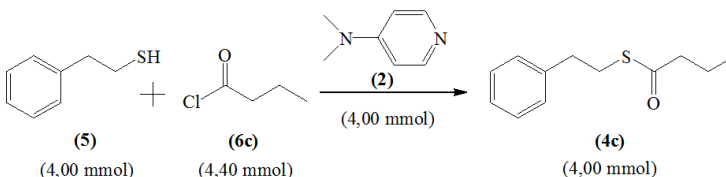
$$= \frac{\text{Massa hasil eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,14 \text{ g}}{0,16 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 88\%$$



### B.3. Perhitungan rendemen sintesis 2-feniletil butanatioat (4c)



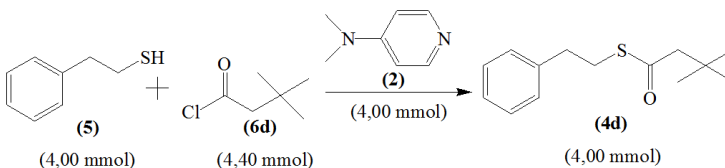
- Mol Ester (4c) yang terbentuk secara teoritis = 4,00 mmol
- Mr Ester (4c) = 208,31 g/mol
- Massa Ester (4c) yang terbentuk secara teoritis  
= 4,00 mmol x 208,31 g/mol = 0,83 g
- Massa Ester (4c) hasil eksperimen = 0,76 g
- Rendemen Ester (4c)  

$$= \frac{\text{Massa hasil eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,76 \text{ g}}{0,83 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 92\%$$

#### B.4. Perhitungan rendemen sintesis 2-feniletil 3,3-dimetilbutanoat (4d)



- Mol Ester (4d) yang terbentuk secara teoritis = 4,00 mmol
- Mr Ester (4d) = 236,37 g/mol
- Massa Ester (4d) yang terbentuk secara teoritis  
= 4,00 mmol x 236,37 g/mol = 0,94 g
- Massa Ester (4d) hasil eksperimen = 0,79 g
- Rendemen Ester (4d)  

$$= \frac{\text{Massa hasil eksperimen}}{\text{massa teoritis}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,79 \text{ g}}{0,94 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 84\%$$

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama Yulia Mainesa, lahir di Padang pada tanggal 25 Mei 1994, merupakan anak kedua dari tiga bersaudara. Pendidikan formal yang telah ditempuh oleh penulis yaitu di SDN 19 Pasar Laban, SMPN 19 Padang dan SMAN 11 Padang. Pada tahun 2012, penulis lulus dari jenjang SMA dan melanjutkan pendidikan di jurusan Kimia ITS melalui jalur SBMPTN dengan Nomor Registrasi Pokok 1413100074.

Selama menjadi mahasiswa, penulis cukup aktif dalam kegiatan berorganisasi. Penulis pernah aktif dalam Chemistry Islamic Study (CIS) sebagai sekretaris Departemen Syiar (2014-2015). Penulis pernah melakukan kerja praktik di PT. Pertamina Research and Development. Karena ketertarikan penulis di bidang kimia organik, penulis tergabung dalam laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintetis di bawah bimbingan Prof. Mardi Santoso, Ph.D. Semoga hasil penelitian ini dapat memberikan manfaat bagi pembaca dan memberikan inspirasi untuk kemajuan ilmu pengetahuan, khususnya dalam bidang kimia organik. Penulis dapat dihubungi melalui *email* ymainesa@gmail.com.